



## 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

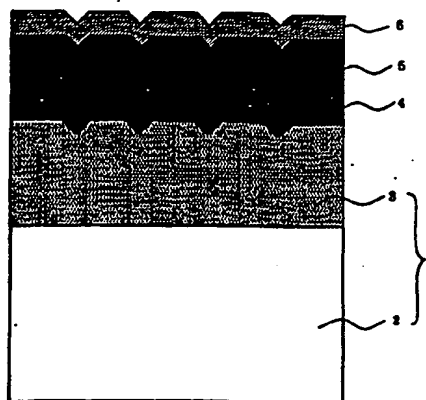
(51) 国際特許分類 5 G11B 5/66, 5/84, 5/85	A1	(11) 国際公開番号 WO 95/03603  (43) 国際公開日 1995年2月2日 (02.02.1995)
(21) 国際出願番号 POT/JP94/01184 (22) 国際出願日 1994年7月19日(19. 07. 94)  (30) 優先権データ 特願平5/201044 1993年7月21日(21. 07. 93) JP 特願平6/23326 1994年1月24日(24. 01. 94) JP  (71) 出願人: および (72) 発明者 高橋 研 (TAKAHASHI, Migaku) (JP/JP) 〒980 宮城県仙台市太白区人來田2丁目20-2 Miyagi, (JP) (74) 代理人 弁理士 福森久夫 (FUKUMORI, Hisao) 〒160 東京都新宿区本塩町12 Tokyo, (JP)  (81) 指定国 ON, JP, KR, US, 欧州特許(AT, BE, OH, DE, DK, ES, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MO, NL, PT, SE).  添付公開書類 国際調査報告書		

(54) Title : MAGNETIC RECORDING MEDIUM AND ITS MANUFACTURE

(54) 発明の名称 磁気記録媒体及びその製造方法

## (57) Abstract

An inexpensive high-density recording medium which is increased in coercive force without using expensive ferromagnetic metallic layer. In a magnetic recording medium on the substrate of which a ferromagnetic metallic layer is formed on a substrate with a metallic underlying layer in between and which utilizes reversal of magnetization, the oxygen concentration in the ferromagnetic metallic layer is below 100 wt. ppm, and in addition, the oxygen concentration in the metallic base layer is also below 100 wt. ppm. In a method of manufacturing a magnetic recording medium on the substrate of which the metallic base layer and ferromagnetic metallic layer are successively formed by sputtering, the impurity concentration of Ar gas used for the formation of the layers is below 10 ppb. Before forming the metallic base layer, in addition, the surface of the substrate is cleaned by high-frequency sputtering using Ar gas the impurity concentration of which is 10 ppb and the surface section of the substrate is partially removed to a depth of 0.2-1 nm.



(57) 要約

本発明は、高価な強磁性金属層を使用せずに、保磁力を増大した安価な高密度記録媒体とその製造方法を提供することを目的とする。

基体の表面上に金属下地層を介して強磁性金属層が形成され、磁化反転を利用した磁気記録媒体において、該強磁性金属層の酸素濃度を100wtppm以下としたことを特徴とする。また、該金属下地層の酸素濃度を100wtppm以下としたことを特徴とする。基体の表面上に、スパッタ法により金属下地層と強磁性金属層とを順次形成してなる磁気記録媒体の製造方法において、成膜に用いるArガスの不純物濃度が10ppb以下であることを特徴とする。また、前記金属下地層を形成する前に、不純物濃度が10ppb以下であるArガスを用いて、前記基体の表面を高周波スパッタ法によるクリーニング処理をおこない、前記基体の表面を0.2nm~1nm除去することを特徴とする。

情報としての用途のみ

PCTに基づいて公開される国際出願のパンフレット第1頁にPCT加盟国を同定するために使用されるコード

AM	アルメニア	DK	デンマーク	LI	リヒテンシュタイン	PT	ポルトガル
AT	オーストリア	EE	エストニア	LK	スリランカ	RO	ルーマニア
AU	オーストラリア	ES	スペイン	LT	リトアニア	RU	ロシア連邦
BB	バルバドス	FI	フィンランド	LR	リベリア	SD	スーダン
BE	ベルギー	FR	フランス	LU	ルクセンブルグ	SE	スウェーデン
BF	ブルキナファソ	GA	ガボン	LV	ラトヴィア	SI	スロヴェニア
BG	ブルガリア	GB	イギリス	MC	モナコ	SK	スロヴァキア共和国
BJ	ベナン	GE	グルジア	MD	モルドバ	SN	セネガル
BR	ブラジル	GN	ギニア	MG	マダガスカル	SZ	スワジランド
BY	ベラルーシ	GR	ギリシャ	ML	マリ	TD	チャド
CA	カナダ	HU	ハンガリー	MN	モンゴル	TG	トーゴ
CF	中央アフリカ共和国	IE	アイルランド	MR	モーリタニア	TJ	タジキスタン
CG	コンゴ	IT	イタリア	MW	モザンビーク	TT	トリニダードトバゴ
CH	スイス	JP	日本	MX	メキシコ	UA	ウクライナ
CI	コートジボワール	KE	ケニア	NE	ニジェール	US	米国
CM	カメルーン	KG	キルギスタン	NL	オランダ	UZ	ウズベキスタン共和国
CN	中国	KP	朝鮮民主主義人民共和国	NO	ノルウェー	VN	ベトナム
CZ	チェコ共和国	KR	大韓民国	NZ	ニュージーランド		
DE	ドイツ	KZ	カザフスタン	PL	ポーランド		

## 明細書

## 磁気記録媒体及びその製造方法

## 5 技術分野

本発明は、磁気記録媒体及びその製造方法に係る。より詳細には、安価で作製が容易な優れた磁気特性を有する高密度磁気記録媒体及びその製造方法に関する。本発明の磁気記録媒体は、ハードディスク、フロッピーディスク、磁気テープ等に好適に適用される。

10

## 背景技術

従来の磁気記録媒体及びその製造方法としては、次の技術が知られている。

図23は、磁気記録媒体の一例として、ハードディスクを説明する概略図である。図23において、図23(a)は磁気記録媒体全体の斜視図、図23(b)は図23(a)のA-A'部分の断面図である。

基体1としては、A1基板2の表面上に、非磁性(Ni-P)層3が設けられているものを用いている。そして、この基体1の上には、Cr下地層4、強磁性金属層5、保護層6が積層されている。

非磁性(Ni-P)層3は、めっき法もしくはスパッタ法によって、直径89mm(3.5inch)/厚さ1.27mm(50mil)のディスク形状をしたA1基板2の表面上に形成され、基体1をなしている。また、非磁性(Ni-P)層3の表面には、機械的な研磨処理にて同心円状のキズ(以後、テクスチャーと呼ぶ)が設けられている。一般的に、非磁性(Ni-P)層3の表面粗さ、すなわち半径方向に測定したときの平均中心線粗さR<sub>a</sub>は、5nm~15nmである。また、Cr下地層4と強磁性金属層5(一般にはCo合金系磁性膜)は、めっき法、蒸着法、スパッタ法によって、上記の基体1の表面上に形成し、最後に強磁性金属層5の表面を保護するために炭素などからなる保護層6が、スパッタ法によって設けられる。典型的な各層の厚さは、非磁性(Ni-P)層3が5μm~15μm、Cr下地層4が50nm~150nm、強磁性金属層5が30nm~100nm、保護層6が20nm~50nmである。

30

上記媒体の高記録密度化のためには、媒体の磁気特性のうち特に保磁力を増大する必要がある。最近では、保磁力12000e~16000eを有する媒体から、保磁力18000e以上を有する媒体へ顧客ニーズが移行しつつある。これに対応すべく、磁気記録媒体において、従来検討されてきた保磁力の増大方法と

しては、次の技術が知られている。

- ①強磁性金属層の組成を変更する。
- ②強磁性金属層の結晶粒子を微細化する。
- ③強磁性金属層の結晶粒子を磁氣的に孤立させる。

5      しかし、上記従来技術には、次のような問題がある。

(1) ①の技術は、例えば強磁性金属層にPtを含む場合効果が大きい。しかし、コストが高く、かつ媒体ノイズも高いことから改善が望まれる。他の材料では、成膜雰囲気の影響を受け易く、保磁力1800Oe以上を実現するのは困難な状況である。

10    (2) ②の技術は、例えば下地層の膜厚を減らすことで実現するが、減らしすぎると媒体ノイズが高くなり芳しくない。

(3) ③の技術は、例えば成膜後の高温加熱処理によって、下地Crの拡散を利用することで実現するが、成膜室内の発ガスの影響を考慮しなければいけない等、製造工程が複雑となり好ましくない。

15    一方、磁気記録媒体の製造方法としては、次の技術が知られている。

④成膜中の基体表面温度の高温化

⑤基体電位の調整

⑥成膜ガス圧の調整

しかし、上記従来技術には、次のような問題がある。

20    (4) ④の技術は、成膜室内からの発ガス量増加も起こり、製造が不安定となり芳しくない。

(5) ⑤の技術は、従来以上の電位としても効果はなく、異常放電も多発しがちとなり成膜工程が不安定となることから芳しくない。

25    (6) ⑥の技術は、放電可能領域(例えば1mtorr~30mtorr)では、従来以上の効果は見いだせない。

ここで、上記(1)の現状を、表1に纏めて示す。保磁力増大方法の1つである強磁性金属層の組成を変更する場合、その基本合金としては、例えばCoNiCr, CoCrTa, CoCrPtが広く使われている。表1は、これら3種合金に対して各項目ごとに優劣を纏めたものである。表中の数字1は、3  
30 種合金の中で最も優れていることを示す。

【表1】

項目	CoNiCr	CoCrTa	CoCrPt
----	--------	--------	--------

	①価格が安い	1	2	3
	②成膜雰囲気の影響	2	3	1
5	を受けにくい			
	③高保磁力化が容易 (1800 Oe 以上)	3	2	1
10	④媒体ノイズが低い	3	1	2
	⑤規格化保磁力が高い ( $H_c / H_{k \text{ grain}}$ )	2	1	2

15

すなわち、CoNiCrは、他の材料系に比べて安価である点は優れるが、保磁力に上限があり、かつ媒体ノイズも高いという欠点がある。CoCrTaは、他の材料系に比べて媒体ノイズが低く、規格化保磁力が高い点で優れている。しかし、成膜雰囲気の影響を受け易いため量産プロセスの構築が難しい。CoCrPtは、他の材料系に比べて高い保磁力を作りやすいという特長がある。しかし、Ptという貴金属を用いるためコストが高く、媒体ノイズもCoCrTaと比較すると高く問題である。

20

従って、強磁性金属層をなす材料が安価であり、1800 Oe以上の高い保磁力を有し、記録再生時の媒体ノイズが低いという特長をもった磁気記録媒体及びその製造方法の実現が望まれていた。

25

本発明は、強磁性金属層にPtを含まない材料にて高い保磁力を実現し、材料が安価で、媒体ノイズも低く、かつ製造工程が単純化できる磁気記録媒体を提供することを目的とする。

また、本発明は、成膜中の基体表面温度が低温でも高い保磁力の媒体ができ、基体電位と成膜ガス圧は従来通りでよい磁気記録媒体の製造方法を提供することを目的とする。

30

#### 発明の開示

本発明の磁気記録媒体は、基体の表面上に金属下地層を介して強磁性金属層が

形成され、磁化反転を利用した磁気記録媒体において、該強磁性金属層の酸素濃度を100wtppm以下としたことを特徴とする。

また、本発明の磁気記録媒体は、基体の表面上に金属下地層を介して強磁性金属層が形成され、磁化反転を利用した磁気記録媒体において、該金属下地層の酸素濃度を100wtppm以下としたことを特徴とする磁気記録媒体。

さらに、本発明の磁気記録媒体は、前記強磁性金属層の酸素濃度を100wtppm以下としたことを特徴とする。

また、本発明の磁気記録媒体は、基体の表面上に強磁性金属層が形成され、磁化反転を利用した磁気記録媒体において、該強磁性金属層の酸素濃度を100wtppm以下としたことを特徴とする。

本発明の磁気記録媒体の製造方法は、基体の表面上に、スパッタ法により金属下地層と強磁性金属層とを順次形成してなる磁気記録媒体の製造方法において、成膜に用いるArガスの不純物濃度が10ppb以下であることを特徴とする。前記Arガスの不純物濃度は、100ppt以下とすればさらに好ましい。

本発明の磁気記録媒体の製造方法は、前記金属下地層を形成する前に、不純物濃度が10ppb以下であるArガスを用いて、前記基体の表面を高周波スパッタ法によるクリーニング処理をおこない、0.2nm～1nm除去することを特徴とする。

上述の本発明の磁気記録媒体の製造方法は、前記強磁性金属層が、前記基体の表面上に直接形成された場合にも有効である。

また、前記基体は、表面に非磁性層が形成されていることを特徴とする。

本発明の磁気記録媒体の製造方法は、前記金属下地層及び／または強磁性金属層の形成時に、前記基体に負のバイアスを、好ましくは-100V～-400Vのバイアスを印加し、到達真空度は、 $8 \times 10^{-8}$ Torr以下とするのが望ましい。更に前記基体の表面温度は、60℃～150℃とするのが好ましい。

上述の本発明の磁気記録媒体の製造方法は、基体の表面粗さRaが3nm以下の場合にも有効である。更に、金属下地層及び／または強磁性金属層を形成する際に用いるガスが、(Ar+N<sub>2</sub>)あるいは(Ar+H<sub>2</sub>)の場合にも適用できる。

### 30 作用

本発明では、基体の表面上に金属下地層を介して強磁性金属層が形成された磁気記録媒体において、強磁性金属層の酸素濃度を100wtppm以下としたことにより、不純物を核として結晶成長する粒子が少ないために、均一な結晶粒が得られ、膜面に対して平行方向の高い保磁力の磁気記録媒体を実現することがで

きる。

また、本発明では、基体の表面上に金属下地層を介して強磁性金属層が形成された磁気記録媒体において、Cr等からなる金属下地層の酸素濃度を100wtppm以下としたことにより、膜厚が薄くても良質の結晶成長ができる。その結果、強磁性金属層をなす結晶粒子の配向面制御度合い（すなわち、hcp構造のC軸が膜面内に寝る度合い）が高まるため、膜面に対して平行方向の高い保磁力の磁気記録媒体を実現することができる。

さらに、本発明では、基体の表面上に金属下地層を介して強磁性金属層が形成された磁気記録媒体において、強磁性金属層と金属下地層の2層とも酸素濃度を100wtppm以下としたことにより、金属下地層の非磁性Crは、強磁性金属層および金属下地層の中の不純物に影響されずに、上記2層の界面を通過して強磁性金属層の結晶粒子間に拡散しやすい。その結果、強磁性金属層の各結晶粒子の磁氣的孤立度は高まるため、膜面に対して平行方向の高い保磁力の磁気記録媒体を実現することができる。

本発明の磁気記録媒体では、金属下地層の膜厚を好ましくは2.5nm～100nm、さらに好ましくは5nm～30nmの範囲とすることにより、高い保磁力と低い媒体ノイズが同時に実現できる。

本発明の磁気記録媒体では、強磁性金属層の膜厚を好ましくは2.5nm～40nm、さらに好ましくは5nm～20nmの範囲とすることにより、一層高い保磁力が実現できる。

また、本発明では、基体の表面上に強磁性金属層が形成された磁気記録媒体において、強磁性金属層の酸素濃度を100wtppm以下としたことにより、不純物を核として結晶成長する粒子が少ないために、30nm以下の薄い膜厚領域でも均一な結晶粒が得られ、膜面に対して垂直方向の高い保磁力を有する磁気記録媒体を実現することができる。

本発明の磁気記録媒体では、基体の表面粗さRaを好ましくは3nm以下、さらに好ましくは1nm以下とすることにより、より一層高い保磁力が実現できる。

本発明の磁気記録媒体では、強磁性金属層の規格化保磁力( $H_c/H_k^{\text{grain}}$ と表記する)が0.3以上0.5未満であることから、より一層低い媒体ノイズが実現できる。

本発明の磁気記録媒体では、基体の材料としては、上記の表面粗さを安価に実現できることから、Al合金、ガラス、シリコンが好適に用いられる。

本発明では、基体の表面上に、スパッタ法により金属下地層と強磁性金属層とを順次形成して磁気記録媒体を製造するが、「順次」とは金属下地層が形成され

た後、その表面に強磁性金属層が形成されるまでの間には、成膜時のガス圧以上に高い圧力雰囲気曝露に曝されることはないという意味である。このような意味で、金属下地層と強磁性金属層とを順次形成する時に用いるArガスの不純物濃度を10ppb以下、好ましくは100ppt以下とすることにより、上記の各層が含有する酸素濃度を低下させることが可能な磁気記録媒体の製造方法を実現できる。

従って、金属下地層及び強磁性金属層を形成する際に用いたターゲットは、含有酸素量がそれぞれ150ppm以下及び30ppm以下のものを用い、成膜時の雰囲気を高純度に保つため成膜室の到達真空度は $8 \times 10^{-8}$  Torr以下とすることが望ましい。

また、本発明では、金属下地層を形成する前に、不純物濃度が10ppb以下であるArガスを用いて、基体の表面を高周波スパッタ法によるクリーニング処理をおこない、0.2nm～1nmの非常に薄い剥離処理をすることにより、次の2つの作用を有する磁気記録媒体の製造方法が実現できる。

(1) 基体の表面に付着し、真空中保管や加熱処理で除去できない物質を取り去ることができるため、Cr層の膜厚が薄い段階（例えば5nm）から、Cr膜の結晶成長を促進する。その結果、薄いCr層上に強磁性金属層を形成しても、膜面に対して平行方向の高い保磁力がえられる。

(2) Cr層の上に形成される強磁性金属層の結晶粒界へ、Cr層から非磁性Crの拡散を容易とする。その結果、強磁性金属層を構成する各結晶粒子は、隣接した結晶粒子から磁氣的相互作用を受けづらくなり、膜面に対して平行方向の高い保磁力が得られる。

上述した2つの作用、すなわちArガスの不純物濃度と基体の表面に対するクリーニング処理の作用は、強磁性金属層が基体の表面上に直接形成された場合にも同様の効果を示す。

上述したクリーニング処理の効果は、磁気記録媒体における一般的なスパッタ法によるエッチングから予想される効果とは全く逆のものであり、本発明により初めて見いだされたものである。すなわち、一般的な操作方法による(Ni-P)層の表面に対する高周波スパッタ法のクリーニング処理は、例えば特開昭64-70925号公報に示されているように、もっぱら(Ni-P)層の表面域を除去し、その上に形成する薄膜の付着強度を高めることを目的としたものであり、剥離深さは1nm～20nmにも及ぶものである。しかもこの方法によると、形成されるCr下地層の結晶配向が変化して媒体の保磁力は低下してしまうことが記載されている。そのため、クリーニング処理を行った後、数十秒から数時間に



及ぶ複雑で余分な酸化工程が必要となり、生産性が著しく低下する。一方、本発明は、上述したように、不純物濃度が少ないArガスを用いて、1nm以下のクリーニング処理を施すことにより、極めて優れた磁気特性を有する磁気記録媒体を、高い生産性で量産することが可能である。

- 5      また、本発明において、高周波スパッタ法によるクリーニング速度は、0.001nm/sec～0.1nm/secが好ましく、この範囲で高い保磁力を有する磁気記録媒体が安定して得られる。

さらに、金属下地層及び／または強磁性金属層の形成時に、基体に負のバイアスを印加することにより保磁力は一層向上する。この時のバイアス値としては、  
10      特に-100V～-400Vが好ましい。

また、本発明では、金属下地層及び／または強磁性金属層を形成する際の基体の表面温度を、60℃～150℃の範囲としても、従来250℃以上の温度でなければ得られなかった保磁力を実現できる。その結果、従来より低い加熱プロセスで製造することが可能となり、成膜室内の発ガス量が低減でき、かつ高温加熱  
15      に弱いプラスチックなども基体材料として使用可能となる。

#### 実施態様例

以下に本発明の実施態様例を説明する。

##### (基体)

- 20      基体としては、例えば、アルミニウム、チタン及びその合金、シリコン、ガラス、カーボン、セラミック、プラスチック、樹脂及びその複合体、及びそれらの表面に異種材質の非磁性膜をスパッタ法、蒸着法、めっき法等により表面コーティング処理を行ったものがあげられる。この基体表面に設けた非磁性膜は、高温で磁化せず、導電性を有し、機械加工などがしやすい反面、適度な表面硬度をも  
25      っていることが好ましい。このような条件を満たす基体としては、特にアルミニウム合金の表面に非磁性膜として(Ni-P)層を設けたものが好ましい。

基体の形状としては、ディスク用途の場合、ドーナツ円盤状のものが使われる。後述する磁性層等を設けた基体、即ち磁気記録媒体は、磁気記録および再生時、円盤の中心を軸として、例えば3600rpmの速度で回転させて使用する。この時、磁気記録媒体の上空を磁気ヘッドが0.1μm程度の高さを飛行する。従  
30      って、基体としては、表面の平坦性、表裏両面の平行性、基体円周方向のうねり、および表面の粗さが適切に制御される必要がある。

また、基体が回転／停止する場合には、磁気記録媒体と磁気ヘッドの表面同士が接触及び摺動する(Contact Start Stop, CSSと呼ぶ)。この対策として、基体

の表面には、同心円状の軽微なキズ（テクスチャー）を設ける場合もある。

（金属下地層）

金属下地層としては、例えば、Cr、Ti、W及びその合金があげられる。合金とする場合は、例えば、V、Nb、Ta等との組み合わせが提案されている。

- 5 特に、量産的にはCrが広く使われており、成膜方法としては、スパッタ法、蒸着法等が用いられる。

この金属下地層の役割は、その上にCo基からなる強磁性金属層を設けたとき、強磁性金属層の磁化容易軸が基体面内方向を取るように、すなわち基体面内方向の保磁力が高くなるように、強磁性金属層の結晶成長を促すことである。

- 10 Crからなる金属下地層をスパッタ法で作製する場合、その結晶性を制御する成膜因子としては、基体の表面温度、成膜時のガス圧、基体に印加するバイアス、及び形成する膜厚等が上げられる。特に、強磁性金属層の保磁力は、Cr膜厚に比例して高くなる傾向があるため、例えばCr膜厚としては50nm～150nmの範囲で用いられる。

- 15 記録密度を向上するためには、磁気ヘッドの媒体表面からの浮上量を小さくする必要がある。一方、上記Cr膜厚が大きいと、媒体の表面粗さも大きくなる傾向がある。従って、薄いCr膜厚で、高い保磁力を実現することが望まれている。

（強磁性金属層）

- 20 強磁性金属層としては、例えば、Co元素を少なくとも含むところのCo基合金があげられる。

- 金属下地層を介して基体の表面上に設ける場合（すなわち面内記録用の磁性膜の場合）は、例えば、CoNiCr, CoCrTa, CoPtCr, CoPtNi, CoNiCrTa, CoPtCrTa等があげられる。特に、CoNiCrは、安価で、成膜雰囲気の影響を受けづらいため、CoCrTaは、媒体ノイズが低い  
25 ため、CoPt系は、CoNiCrやCoCrTaでは作製が難しい1800Oe以上の保磁力を実現するために好適に用いられている。記録密度を向上し、製造コストを下げるためには、材料コストが安価で、媒体ノイズが低く、高い保磁力が実現できる強磁性金属層の開発が望まれている。

- 一方、金属下地層を介さず基体の表面上に直接設ける場合（すなわち垂直記録用の磁性膜の場合）は、例えば、CoCr, CoPt, CoCrTa等があげられる。また、裏打ち層として、これら強磁性金属層の下に、軟磁性金属層が設けられる場合もある。この場合は、強磁性金属層の膜厚を薄くしても、膜面に対して垂直方向の保磁力を高く維持できる材料および製造方法の確立が望まれている。

（磁化反転を利用した磁気記録媒体）

磁化反転を利用した磁気記録媒体としては、上述した強磁性金属層の膜面に対し、平行に記録磁化を形成する媒体（面内磁気記録媒体）と、垂直に記録磁化を形成する媒体（垂直磁気記録媒体）との2種類がある。

- 5    どちらの媒体においても、記録密度を向上するためには、記録磁化のさらなる小型化を図る必要がある。この小型化は、各記録磁化の漏れ磁束を減少させるため、磁気ヘッドにおける再生信号出力を小さくする。従って、隣接する記録磁化の影響と考えられている媒体ノイズは、さらに低減することが望まれている。

（強磁性金属層の酸素濃度）

- 10    強磁性金属層の酸素濃度は、例えば、従来のスパッタ法により作製したC o N i C r膜の場合には、250 w t p p m以上であることが分かっている。強磁性金属層の酸素濃度の影響、すなわち媒体の保磁力や媒体ノイズに対する影響について調査することが望まれていた。

- 15    上述した従来のスパッタ法とは、強磁性金属層を形成する成膜室の到達真空度が $1 \times 10^{-7} \sim 5 \times 10^{-7}$  Torr、強磁性金属層を形成するとき用いたA rガスの不純物濃度が1 p p m以上である条件下での成膜を指す。

（金属下地層の酸素濃度）

- 20    金属下地層の酸素濃度は、例えば、従来のスパッタ法により作製したC r膜の場合には、250 w t p p m以上であることが分かっている。金属下地層の酸素濃度の影響、すなわち金属下地層の膜厚に依存した結晶成長過程への影響、金属下地層の上に形成される強磁性金属層への影響などについて調査することが望まれていた。

上述した従来のスパッタ法の意味は、上記の「強磁性金属層の酸素濃度」の項における説明と同じである。

（強磁性金属層の規格化保磁力（ $H_c / H_k^{\text{grain}}$ と表記する））

- 25    強磁性金属層の規格化保磁力とは、保磁力 $H_c$ を、結晶粒の異方性磁界 $H_k^{\text{grain}}$ で割った値であり、結晶粒の磁氣的孤立性が高まる度合いを表すことが、  
"Magnetization Reversal Mechanism Evaluated by Rotational Hysteresis Loss Analysis for the Thin Film Media" Migaku Takahashi, T. Shimatsu, M. Suekane, M. Miyamura, K. Yamaguchi and H. Yamasaki: IEEE TRANSACTIONS ON  
30    MAGNETICS, VOL. 28, 1992, pp. 3285 に示されている。

従来のスパッタ法で作製した強磁性金属層の規格化保磁力は、強磁性金属層がC o基である限り、0.3より小さな値であった。Stoner-Wohlfarth 理論によれば、結晶粒が完全に磁氣的に孤立した場合、0.5をとることが示されており、この値が規格化保磁力の上限値である。

また、J.-G. Zhu and H. N. Bertram: Journal of Applied Physics, VOL. 63, 1988, pp. 3248 には、強磁性金属層の規格化保磁力が高いということは、強磁性金属層を構成する個々の結晶粒の磁気的な相互作用が低下し、高い保磁力が実現できることが記載されている。

- 5      ここで、保磁力  $H_c$  とは、振動試料型の磁力計 (Variable Sample Magnetometer、VSM と呼ぶ) を用いて測定した磁化曲線から求めた媒体の抗磁力である。結晶粒の異方性磁界  $H_k^{\text{grain}}$  とは、高感度トルク磁力計を用いて測定した回転ヒステリシス損失が完全に消失する印加磁界である。保磁力および異方性磁界とも、基体の表面上に金属下地層を介して強磁性金属層が形成される磁気記録媒体の場合は、薄膜面内で測定した値であり、基体の表面上に強磁性金属層が形成される磁気記録媒体の場合は、薄膜面内とは垂直な方向で測定した値である。

(アルミニウム合金)

- アルミニウム合金としては、例えばアルミニウムとマグネシウムから構成される合金があげられる。現在、HD (ハードディスク) 用途では、アルミニウム合  
15      金を基体としたものが最も使われている。使用目的が磁気記録用途であることから、金属酸化物の含有量は少ない方が好ましい。

- さらに、アルミニウム合金の表面上には、非磁性である (Ni-P) 膜が、めっき法またはスパッタ法で設けられる場合が多い。その目的は、耐食性の向上と、基体の表面硬度の増加である。この (Ni-P) 膜の表面には、磁気ヘッドが媒  
20      体表面を摺動する際の摩擦力を低減するため、同心円状の軽微なキズ (テクスチャー) が設けられている。

アルミニウム合金を基体とした場合の課題は、基体の薄板化と、基体の表面粗さの低減である。現在、前者は 0.5 mm が、後者は 0.5 nm 程度が限界とされている。

- 25      (ガラス)

ガラスとしては、例えば、ガラス表面に対してイオンドーピングなどを行い強化処理したもの、ガラス自体が微結晶化した構造からなるもの等があげられる。両者とも、「割れ易い」というガラスの短所を解消する工夫がなされている。

- ガラスは、アルミニウム合金に比べて表面硬度が高いため、(Ni-P) 膜な  
30      どを設ける必要がない点が優れている。また、基体の薄板化、基体表面の平滑性、基体の耐高温特性などの面からも有利である。

しかし、保磁力の高い磁性膜を作製するためには、成膜時の基体の表面温度を高く、かつ基体に対してバイアスを印加しながら成膜をした方がよいことから、ガラスの表面上に非磁性層が設けられることがある。また、ガラスから磁性膜へ

有害な元素の侵入を防止するため、非磁性層が配置される場合がある。あるいは、磁気ヘッドが媒体表面を摺動する際の摩擦力を低減するために、ガラスの表面上に微細な凹凸形状を有する非磁性層が配置される場合もある。

- 5    ガラスを基体とした場合の課題は、基体の薄板化と基体の割れ防止技術との両立にある。

（シリコン）

シリコンとしては、例えば、半導体分野で実績のあるシリコンウェハーをディスク形状としたものがあげられる。

- 10    シリコンは、ガラスと同様に、表面硬度が高く、基体の薄板化が可能で、基体表面の平滑性も高く、基体の耐高温特性が良いという面で、アルミニウム合金より優れている。これらに加えて、基体表面の結晶方位や格子定数が選択できるため、その上に形成する磁性膜の結晶成長の制御性が向上すると期待されている。また、アルミニウム合金と同様に、基体が導電性を有するため基体にバイアス印加が可能であり、基体内部から $H_2O$ などのガス放出が少ないため成膜空間のより
- 15    クリーン化も達成できるという面からも有利である。

シリコンを基体とした場合の課題は、ガラスと同様に、基体の薄板化と基体の割れ防止技術との両立にある。

（スパッタ法）

- 20    スパッタ法としては、例えば、基体がターゲットの前を移動しながら薄膜が形成される搬送型と、基体をターゲットの前に固定して薄膜が形成される静止型があげられる。前者は量産性が高いため低コストな媒体の製造に有利であり、後者は基体に対するスパッタ粒子の入射角度が安定なため記録再生特性に優れる媒体の製造が可能とされている。

（金属下地層と強磁性金属層とを順次形成）

- 25    金属下地層と強磁性金属層とを順次形成とは、「基体の表面上に金属下地層が形成された後、その表面に強磁性金属層が形成されるまでの間には、成膜時のガス圧以上に高い圧力雰囲気には曝されることはない」ことを意味する。金属下地層の表面を大気中に曝した後、その上に強磁性金属層を形成すると、媒体の保磁力は、著しく低下してしまう（例えば、暴露なし：15000e $\rightarrow$ 暴露あり：5000e以下）ことは公知である。
- 30

（成膜に用いるArガスの不純物およびその濃度）

成膜に用いるArガスの不純物としては、例えば、 $H_2O$ 、 $O_2$ 、 $CO_2$ 、 $H_2$ 、 $N_2$ 、 $C_xH_y$ 等があげられる。特に、膜中に取り込まれる酸素量に影響する不純物は、 $H_2O$ 、 $O_2$ 、 $CO_2$ と推定される。従って、本発明の不純物濃度は、成膜に用

いる Ar ガス中に含まれている  $H_2O$ 、 $O_2$ 、 $CO_2$  の和で表すことにする。

(高周波スパッタ法によるクリーニング処理)

- 5 高周波スパッタ法によるクリーニング処理としては、例えば、放電可能なガス圧空間内に置かれた基体に対して、RF (radio frequency, 13.56MHz) 電源から交流電圧を印加する手法があげられる。この手法の特長は、基体が導電性でない場合にも適用可能な点である。一般に、クリーニング処理の効果としては、基体への薄膜の密着性向上があげられる。しかし、クリーニング処理後、基体の表面上に形成される薄膜自体の膜質に及ぼす影響については不明な点が多い。

(金属下地層を形成する際に用いた Cr ターゲットの不純物およびその濃度)

- 10 金属下地層を形成する際に用いた Cr ターゲットの不純物としては、例えば、Fe、Si、Al、C、O、N、H 等があげられる。特に、膜中に取り込まれる酸素量に影響する不純物は、O と推定される。従って、本発明の不純物濃度とは、金属下地層を形成する際に用いた Cr ターゲット中に含まれている酸素を示す。

(強磁性金属層を形成する際に用いたターゲットの不純物およびその濃度)

- 15 強磁性金属層を形成する際に用いた Co 基ターゲットの不純物としては、例えば、Fe、Si、Al、C、O、N 等があげられる。特に、膜中に取り込まれる酸素量に影響する不純物は、O と推定される。従って、本発明の不純物濃度とは、強磁性金属層を形成する際に用いたターゲット中に含まれている酸素を示す。

(基体に負のバイアス印加)

- 20 基体に負のバイアス印加とは、磁気記録媒体として Cr 下地膜や磁性膜を形成する際、基体に対して直流のバイアス電圧を印加することを指す。適切なバイアス電圧を印加すると、媒体の保磁力が増大することが分かっている。上述したバイアス印加の効果は、どちらか一方の膜を作製するときだけ印加した場合よりも、2 層とも印加した場合のほうがより大きいことが公知である。

- 25 (金属下地層及び／または強磁性金属層を形成する成膜室の到達真空度)

金属下地層及び／または強磁性金属層を形成する成膜室の到達真空度は、強磁性金属層の材料によっては、保磁力の値を左右する成膜因子の 1 つである。特に、強磁性金属層の中に Ta が含まれる Co 基の材料では、上記の到達真空度が低い場合 (例えば、 $5 \times 10^{-6}$  Torr 以上の場合) には影響が大きい。

- 30 (金属下地層及び／または強磁性金属層を形成する際の基体の表面温度)

金属下地層及び／または強磁性金属層を形成する際の基体の表面温度は、強磁性金属層の材料に依存せず、保磁力の値を左右する成膜因子の 1 つである。基体が損傷しない範囲であれば、高い表面温度で成膜をした方がより高い保磁力を実現できる。基体の損傷とは、そり、膨れ、割れ等の外的変化や、磁化の発生、発

ガス量の増加等の内的変化を意味する。

(基体の表面粗さ,  $R_a$ )

基体の表面粗さとしては、例えば、ディスク形状からなる基体表面を、半径方向に測定した場合の、平均中心線粗さ  $R_a$  があげられる。測定器としては、

5 RANKTAYLORHOBSON 社製 TALYSTEP を用いた。

基体が停止状態から回転を開始した場合や、その逆の場合には、磁気記録媒体と磁気ヘッドの表面同士が接触及び摺動する (Contact Start Stop, CSSと呼ぶ)。

この時、磁気ヘッドの吸着や摩擦係数の上昇を抑えるため、 $R_a$  は大きい方が好ましい。一方、基体が最大の回転数に達した場合には、磁気記録媒体と磁気ヘッドとの間隔、すなわち磁気ヘッドの浮上量を確保する必要があるので、 $R_a$  は小さい方が望ましい。

従って、基体の表面粗さ、 $R_a$  の最大値と最小値は、上述した理由と、磁気記録媒体に対する要求スペックから適宜決定される。例えば、磁気ヘッドの浮上量が、 $2\mu\text{inch}$  の場合は、 $R_a = 6\text{nm} \sim 8\text{nm}$  である。

15 (テクスチャ処理)

テクスチャ処理としては、例えば、機械的な研磨による方法、化学的なエッチングによる方法、物理的な凹凸膜の付与による方法などがあげられる。特に、磁気記録媒体の基体として、最も広く使われているアルミニウム合金基体の場合は、機械的な研磨による方法が採用されている。例えば、アルミニウム合金基体の表面に設けた (Ni-P) 膜に対して、研削用の塗粒が表面に接着してあるテープを、回転する基体に押しつけることにより、同心円状に軽微なキズを付与する方法がある。この方法では、研削用の塗粒を、テープから遊離させて用いる場合もある。

(複合電解研磨処理)

25 複合電解研磨処理としては、例えば、磁性膜などを形成する際に用いる真空チャンバーの内壁に対して、クロム酸化物を生成物とする酸化不動態膜を設ける処理があげられる。この場合、真空チャンバーの内壁をなす材料としては、例えば SUS 316L 等が好ましい。この処理によって、真空チャンバーの内壁からの  $O_2$ 、 $H_2O$  の放出量を低減できるため、作製した薄膜中への酸素取り込み量をより一層低減することが可能である。

30 本発明で使用した、アネルバ製のマグネトロンスパッタ装置 (型番 ILC 3013: ロードロック式静止対向型) は、全ての真空チャンバー (仕込/取り出し室、成膜室、クリーニング室) の内壁が上述の処理を行っている。

## 図面の簡単な説明

図1は、実施例1に係るCoNiCr膜中の酸素濃度と、作製した媒体の保磁力との関係を示すグラフである。

図2は、磁気記録媒体表面の透過型電子顕微鏡(TEM)写真である。

5 図3は、磁気記録媒体表面の透過型電子顕微鏡(TEM)写真である。

図4は、実施例2に係るCr膜中の酸素濃度と、作製した媒体の保磁力との関係を示すグラフである。

図5は、実施例3に係るCoNiCr膜中の酸素濃度とCr膜中の酸素濃度に対して、作製した媒体の保磁力の関係を示すグラフである。

10 図6は、実施例5に係るCrからなる金属下地層の膜厚と、作製した媒体の保磁力との関係を示すグラフである。

図7は、実施例5に係るCrからなる金属下地層の膜厚と、作製した媒体のノイズNmとの関係を示すグラフである。

図8は、実施例6に係るCoCrTaからなる金属下地層の膜厚と、作製した媒体の保磁力との関係を示すグラフである。

図9は、実施例7に係るCoNiCr膜中の酸素濃度と、作製した媒体の保磁力との関係を示すグラフである。

図10は、実施例8に係る規格化保磁力( $H_c/H_k$  grain)と、作製した媒体のノイズ(Nm)との関係を示すグラフである。

20 図11は、実施例9に係る強磁性金属層と金属下地層を形成する時のArガスに含まれる不純物濃度と、作製した媒体の保磁力との関係を示すグラフである。

図12は、実施例10に係るクリーニング処理による基体表面の剥離量と、作製した媒体の保磁力との関係を示すグラフである。

図13は、実施例10に係る媒体表面のX線回折結果を示すグラフである。

25 図14は、実施例11に係る金属下地層を形成する際に用いたターゲットの不純物濃度と、作製した媒体の保磁力との関係を示すグラフである。

図15は、実施例12に係る強磁性金属層を形成する際に用いたターゲットの不純物濃度と、作製した媒体の保磁力との関係を示すグラフである。

30 図16は、実施例13に係る基体に印加した負のバイアス値と、作製した媒体の保磁力との関係を示すグラフである。

図17は、実施例14に係る金属下地層及び強磁性金属層を形成する成膜室の到達真空度と、作製した媒体の保磁力との関係を示すグラフである。

図18は、実施例15に係る金属下地層及び/または強磁性金属層を形成する際の基体の表面温度と、作製した媒体の保磁力との関係を示すグラフである。



図 19 は、実施例 15 に係る金属下地層及び／または強磁性金属層を形成する際の基体の表面温度と、作製した媒体の表面粗さ  $R_a$  との関係を示すグラフである。

図 20 は実施例 16 に係る基体の表面粗さ  $R_a$  と、作製した媒体の保磁力との関係を示すグラフである。

図 21 は、実施例 17 に係る ( $Ar + N_2$ ) ガス中における  $N_2$  ガスの比率と、作製した媒体の保磁力との関係を示すグラフである。

図 22 は、実施例 17 に係る ( $Ar + H_2$ ) ガス中における  $H_2$  ガスの比率と、作製した媒体の保磁力との関係を示すグラフである。

図 23 は、磁気記録媒体を説明する概略図である。

(符号の説明)

- 1 Al 基板、
- 2 非磁性 ( $Ni-P$ ) 層、
- 3 Cr 下地層、
- 4 強磁性金属層、
- 5 保護膜。

#### 発明を実施するための最良の形態

以下に実施例をあげて本発明をより詳細に説明するが、本発明がこれら実施例に限定されることはない。

##### (実施例 1)

本例では、基体の表面上に金属下地層を介して強磁性金属層が形成される磁気記録媒体において、強磁性金属層に含まれる酸素濃度を限定する効果について示す。この効果を確認するため、強磁性金属層を形成する時の  $Ar$  ガスに含まれる不純物濃度を 10 ppb~1 ppm の範囲で変えて成膜を行った。この時、金属下地層を形成する時の  $Ar$  ガスに含まれる不純物濃度は、1 ppm に固定した。

本例で媒体作製に用いたスパッタ装置は、アネルバ製のマグネトロンスパッタ装置 (型番 ILC3013: ロードロック式静止対向型) であり、全ての真空チャンバー (仕込／取り出し室 (兼クリーニング室), 成膜室 1, 成膜室 2, 成膜室 3) の内壁は、複合電解研磨処理がしてある。表 1 は、本例の磁気記録媒体を作製する時の成膜条件である。

【表 1】

	項 目	設 定 値
5	①基体の材質	Al-Mg合金(膜厚10 $\mu$ m の(Ni-P)めっき膜付き)
	②基体の直径および形状	89mm、ディスク形状
	③基体の表面形状	テクスチャ付き、Ra=5nm
10	④到達真空度(Torr)	5 $\times$ 10 <sup>-7</sup> (全室とも同じ)
	⑤Arガス中の不純物濃度	10ppb~1ppm(成膜室2) 1ppm(成膜室2以外)
	⑥Arガス圧(mTorr)	2(全室とも同じ)
	⑦基体表面の保持温度(℃)	250(全室とも同じ)
15	⑧ターゲットの材料(at%)	Cr, Co <sub>62.5</sub> Ni <sub>30</sub> Cr <sub>7.5</sub> , C
	⑨ターゲットの直径(inch)	6
	⑩ターゲット中の不純物濃度(ppm)	120(Cr), 20(CoNiCr)
20	⑪ターゲットと基体との間隔(mm)	35(Cr, CoNiCr, C)
	⑫ターゲットへの投入パワー(W)	直流200(Cr, CoNiCr) 直流400(C)
	⑬成膜時に基体へ印加した直流バイ アス(-Volt)	200(Cr), 300(CoNiCr), 0(C)
25	⑭作製した膜厚(nm)	50(Cr), 40(CoNiCr), 20(C)

以下に、本例の磁気記録媒体の作製方法について、手順を追って説明する。以下  
30 下の括弧付き番号は、その手順を表す。

(1) 基体としては、内/外径が25mm/89mm、厚さが1.27mmのディスク形状をしたアルミニウム合金基板を用いた。アルミニウム合金基板の表面上には、めっき法により厚さ10 $\mu$ mの(Ni-P)膜を設けた。(Ni-P)膜の表面には、機械的な手法で同心円状の軽微なキズ(テクスチャー)が付いて

おり、ディスク半径方向に走査したときの基体の表面粗さは、平均中心線粗さ  $R_a$  が 5 nm であった。

(2) 上記基体は、後述する成膜の前に、機械的および化学的な手法による洗浄処理と、熱風などによる乾燥処理がなされた。

- 5 (3) 上記の乾燥処理が済んだ基体を、スパッタ装置の仕込室に配置された材質がアルミからなる基体ホルダーにセットした。仕込室の内部を、真空排気装置によって、到達真空度が  $1 \times 10^{-7}$  Torr まで排気した後、基体に対して、赤外線ランプを用いて、250℃、5分間の加熱処理をした。

- 10 (4) 仕込室から Cr 膜作製の成膜室 1 に、前記の基体ホルダーを移動した。移動した後も基体は、赤外線ランプにて、250℃に加熱保持した。但し、成膜室 1 は事前に到達真空度が  $3 \times 10^{-9}$  Torr まで排気しており、前記の基体ホルダー移動後は、仕込室と成膜室 1 の間にあるドアバルブは閉じた。使用した Cr ターゲットの不純物濃度は 120 ppm であった。

- 15 (5) 成膜室 1 の中に Ar ガスを導入し、成膜室 1 のガス圧を 2 mTorr とした。使用した Ar ガスに含まれる不純物濃度は、1 ppm に固定した。

(6) Cr ターゲットに直流電源から電圧 200 W を印加してプラズマを発生させる。その結果、Cr ターゲットはスパッタされ、ターゲットと平行して対向する位置にある基体の表面上に、膜厚 50 nm の Cr 層を形成した。

- 20 (7) Cr 層を形成した後、成膜室 1 から CoNiCr 膜作製の成膜室 2 に、前記の基体ホルダーを移動した。移動した後も基体は、赤外線ランプにて、250℃に加熱保持した。但し、成膜室 2 は事前に到達真空度が  $3 \times 10^{-9}$  Torr まで排気しており、前記の基体ホルダー移動後は、成膜室 1 と成膜室 2 の間にあるドアバルブは閉じた。使用したターゲット組成は、62.5 at% Co, 30 at% Ni, 7.5 at% Cr であり、ターゲットの不純物濃度は 20 ppm であった。

- 25 (8) 成膜室 2 の中に Ar ガスを導入し、成膜室 2 のガス圧を 2 mTorr とした。使用した Ar ガスに含まれる不純物濃度は、10 ppb ~ 1 ppm の範囲で変えた。

- 30 (9) CoNiCr ターゲットに直流電源から電圧 200 W を印加してプラズマを発生させる。その結果、CoNiCr ターゲットはスパッタされ、ターゲットと平行して対向する位置にある Cr 層付き基体の表面上に、膜厚 40 nm の CoNiCr 層を形成した。

(10) CoNiCr 層を形成した後、成膜室 2 から C 膜作製の成膜室 3 に、前記の基体ホルダーを移動した。移動した後も基体は、赤外線ランプにて、250℃に加熱保持した。但し、成膜室 3 は事前に到達真空度が  $3 \times 10^{-9}$  Torr まで排気しており、前記の基体ホルダー移動後は、成膜室 2 と成膜室 3 の間にあるドア

バルブは閉じた。

(11) 成膜室 3 の中に Ar ガスを導入し、成膜室 3 のガス圧を 2 m T o r r とした。使用した Ar ガスに含まれる不純物濃度は、1 ppm に固定した。

5 (12) C ターゲットに直流電源から電圧 4 0 0 W を印加してプラズマを発生させる。その結果、C ターゲットはスパッタされ、ターゲットと平行して対向する位置にある C o N i C r 層 / C r 層付き基体の表面上に、膜厚 2 0 n m の C 層を形成した。

10 (13) C 層を形成した後、成膜室 3 から取り出し室に、前記の基体ホルダーを移動した。その後、取り出し室に N<sub>2</sub> ガスを導入して大気圧としてから基体を取り出した。上記 (1) ~ (12) の工程により、層構成が C / C o N i C r / C r / N i P / A l である磁気記録媒体を作製した。

尚、ターゲットには、不純物を極力抑えたものを用いた。Cr 形成用のターゲットの不純物は、Fe : 8 8, Si : 3 4, Al : 1 0, C : 6 0, O : 1 2 0, N : 6 0, H : 1. 1 (w t p p m) である。また、強磁性金属層形成用のターゲット組成は、Ni : 2 9. 2 a t %, Cr : 7. 3 a t %, Co : b a l であり、不純物は Fe : 2 7, Si < 1 0, Al < 1 0, C : 3 0, O : 2 0, N > 1 0 (w t p p m) である。

20 図 1 に、作製した媒体の磁気特性を○印で示した。図 1 の横軸は、C o N i C r 膜中の酸素濃度を示す。この酸素濃度の測定は、S I M S によって行った。図 1 の縦軸は、この時の試料の円周方向の保磁力 H<sub>c</sub> である。

従来、C o N i C r からなる強磁性金属層を形成する時に用いていた Ar ガス中の不純物濃度は 1 ppm であった。また、従来媒体の C o N i C r 膜中の酸素濃度は 2 6 0 w t p p m であり、●印にて従来媒体の保磁力を図 1 に示した。

25 本例では、図 1 が示すとおり、C o N i C r 膜中の酸素濃度を 1 0 0 w t p p m 以下にすることにより保磁力は急激に増加し、特に 9 0 w t p p m 以下が有利であるという結果が得られた。この時の飽和磁化の値は、ほぼ一定であることが別途観測された。

30 図 2、3 は、以上の各媒体表面の透過型電子顕微鏡 (T E M) 写真であり、図 2 は膜中の酸素濃度が 9 0 w t p p m、図 3 は 1 4 0 w t p p m の場合である。図 2 の方が膜中の粒子が均一で緻密な膜であり、図 3 は結晶の輪郭が不明瞭な構造の膜であることが分かった。

従って、強磁性金属層の酸素濃度を 1 0 0 w t p p m 以下にすると、従来の C o N i C r からなる強磁性金属層の酸素濃度が 2 6 0 w t p p m の場合に有した保磁力を、5 0 % 以上増加できることが判明した。すなわち、磁性層に P t を

含有しなくても、強磁性金属層の酸素濃度を低減することで、高記録密度化に対応可能な媒体が実現できることが確認された。

(実施例 2)

5 本例では、基体の表面上に金属下地層を介して強磁性金属層が形成される磁気記録媒体において、金属下地層に含まれる酸素濃度を限定する効果について示す。この効果を確認するため、金属下地層を形成する時の Ar ガスに含まれる不純物濃度を 10 ppb ~ 1 ppm の範囲で変えて成膜を行った。この時、強磁性金属層を形成する時の Ar ガスに含まれる不純物濃度は、1 ppm に固定した。

他の点は実施例 1 と同様とした。

10 図 4 に、作製した媒体の磁気特性を○印で示した。図 4 の横軸は、Cr 膜中の酸素濃度を示す。この酸素濃度の測定は、SIMS によって行った。図 2 の縦軸は、この時の試料の円周方向の保磁力  $H_c$  である。

15 従来、Cr からなる金属下地層を形成する時に用いていた Ar ガス中の不純物濃度は 1 ppm であった。また、従来媒体の Cr 膜中の酸素濃度は 260 wt ppm であり、●印にて従来媒体の保磁力を図 4 に示した。

本例では、図 4 が示すとおり、Cr 膜中の酸素濃度を 100 wt ppm 以下にすることにより保磁力は増加するという結果が得られた。この時の飽和磁化の値は、ほぼ一定であることが別途観測された。

20 従って、金属下地層の酸素濃度を 100 wt ppm 以下にすると、従来の Cr からなる金属下地層の酸素濃度が 260 wt ppm の場合に有した保磁力を、30 % 以上増加できることが判明した。すなわち、磁性層に Pt を含有しなくても、金属下地層の酸素濃度を低減することで、高記録密度化に対応可能な媒体が実現できることが確認された。

(実施例 3)

25 本例では、基体の表面上に金属下地層を介して強磁性金属層が形成される磁気記録媒体において、強磁性金属層に含まれる酸素濃度と、金属下地層に含まれる酸素濃度とを両方とも限定する効果について示す。この効果を確認するため、強磁性金属層を形成する時の Ar ガスに含まれる不純物濃度を、10 ppb ~ 1 ppm の範囲で変えて成膜を行った。この時、金属下地層を形成する時の Ar ガスに含まれる不純物濃度は、1.5 ppb に固定した。

他の点は実施例 1 と同様とした。

図 5 に、作製した媒体の磁気特性を○印で示した。図 5 の横軸は、CoNiCr 膜中の酸素濃度を示す。この酸素濃度の測定は、SIMS によって行った。図 5 の縦軸は、この時の試料の円周方向の保磁力  $H_c$  である。

本例では、図5が示すとおり、CoNiCr膜中の酸素濃度とCr膜中の酸素濃度とを、一緒に100wtppm以下にすることにより保磁力はより一層増加するという結果が得られた。この時の飽和磁化の値は、ほぼ一定であることが別途観測された。

- 5 従って、強磁性金属層の酸素濃度と金属下地層の酸素濃度とを、一緒に100wtppm以下にすると、従来媒体の保磁力を100%以上増加（すなわち倍増）できることが判明した。故に、磁性層にPtを含有しなくても、強磁性金属層と金属下地層の酸素濃度を一緒に低減することで、高記録密度化に十分対応可能な媒体が実現できることが確認された。

10 (実施例4)

- 本例では、実施例3の $\text{Co}_{62.5}\text{-Ni}_{30}\text{-Cr}_{7.5}$ に代えて、強磁性金属層を形成するCo基合金ターゲットとして次の5種類の合金、すなわち $\text{Co}_{85.5}\text{-Cr}_{10.5}\text{-Ta}_4$ 、 $\text{Co}_{75}\text{-Cr}_{13}\text{-Pt}_{12}$ 、 $\text{Co}_{70}\text{-Ni}_{20}\text{-Pt}_{10}$ 、 $\text{Co}_{82.5}\text{-Ni}_{26}\text{-Cr}_{7.5}\text{-Ta}_4$ 、 $\text{Co}_{75.5}\text{-Cr}_{10.5}\text{-Pt}_{10}$ を用いた。ここで、各元素の後に記載した数字は、その元素の比率を(at  
15 %)で表記したものである。

他の点は実施例3と同様とした。

- 本例では、Co基合金を構成する元素とその比率を変えたにも拘わらず、Co基合金膜中の酸素濃度とCr膜中の酸素濃度とを一緒に100wtppm以下にすることにより、どのCo基合金においても保磁力は50%以上は増加することが確認できた。

- 20 従って、強磁性金属層の酸素濃度と金属下地層の酸素濃度とを一緒に100wtppm以下にした場合の保磁力増大傾向は、強磁性金属層を形成するターゲットがCo基合金であれば良いと判断された。特に $\text{Co}_{62.5}\text{-Ni}_{30}\text{-Cr}_{7.5}$ 合金、 $\text{Co}_{85.5}\text{-Cr}_{10.5}\text{-Ta}_4$ 合金、 $\text{Co}_{82.5}\text{-Ni}_{26}\text{-Cr}_{7.5}\text{-Ta}_4$ 合金では、従来媒体と比べて保磁力は100%以上増加することからより好ましい。

(実施例5)

- 本例では、基体の表面上に金属下地層を介して強磁性金属層が形成される磁気記録媒体において、金属下地層の膜厚を限定する効果について示す。この効果を確認するため、金属下地層の膜厚を0~100nmの範囲で変えて成膜を行った。  
30 この時、強磁性金属層としては $\text{Co}_{85.5}\text{-Cr}_{10.5}\text{-Ta}_4$ 合金を用い、その膜厚は40nmに固定した。

他の点は実施例3と同様とした。

図6に、作製した媒体の磁気特性を○印で示した。図6の横軸は、Crからなる金属下地層の膜厚を示す。図6の縦軸は、この時の試料の円周方向の保磁力Hc

である。また、比較例として、従来媒体（CoCrTa膜中の酸素濃度とCr膜中の酸素濃度が両方とも260wtppmの場合）に対しても同様の評価をした。その結果は、図6の印である。

図6から、本例の媒体の保磁力は、Cr金属下地層の膜厚が2.5nm以上のとき、従来媒体の最大値以上の値を有することが分かった。また、Cr金属下地層の膜厚が5nm以上では、2000Oe以上の高い保磁力が実現できることからさらに好ましい。

図7は、Crからなる金属下地層の膜厚と、作製した媒体のノイズNとの関係を示した。図中の○印は本例の媒体、●印は従来媒体である。

表2は、上記の媒体ノイズの測定方法と測定条件である。Cr層の膜厚のみ、1nm～100nmまで可変とし、その他の条件は固定した。

【表2】

# 1. 測定方法

記録再生用の試験機としては、Guzik社製のRWA501Bと、スペクトルアナライザーを用いて、次の測定条件で媒体ノイズを計測した。

# 2. 測定条件

媒体：基体の直径および形状＝89mm、ディスク形状

基体材質＝NiP／Al

層構成＝C(20nm)／CoNiCr(40nm)／Cr(d)／基体

Cr層の膜厚d＝1nm～100nm

残留磁束密度と磁性層膜厚との積＝240Gμm

ディスク回転時の周速度＝12m/sec

ヘッド：種類＝薄膜ヘッド

ポール長＝3.2μm（上部，下部とも）

ギャップ長＝0.3μm

トラック幅＝6.0μm

コイルの巻き数＝42 turns

浮上量＝60 nm（媒体表面から）

媒体ノイズN（単位：μVrms）は、以下の式で定義した。

$$N(f_0) = \sqrt{(\Delta f)^{-1} \int_0^{f_{\max}} [(N_m(f, f_0))^2 - (N_e(f))^2] df}$$

		: $N_m(f)$ = 媒体ノイズスペクトル	
		$N_e(f)$ = 電気回路ノイズスペクトル	
		バンド幅 $\Delta f$ = 30 kHz	
		最大周波数 $f_{max}$ = 20 MHz	
5		書き込み周波数 $f_0$ = 14 MHz	

図7から、本例の媒体のノイズは、Cr金属下地層の膜厚が100nm以下のとき、従来媒体の最小以下の値を有することが分かった。また、Cr金属下地層の膜厚が50nm以下では、10%以上低い媒体ノイズが実現できることからさらに好ましい。

従って、本例では、Crからなる金属下地層の膜厚が2.5nm~100nmの範囲にて、従来媒体と比べて、保磁力が高いか、あるいは媒体のノイズが低いものがえられる。また、Crからなる金属下地層の膜厚を5nm~50nmの範囲に限定すると、従来媒体と比べて、保磁力及び媒体のノイズともより優れたものが得られることからさらに好ましい。

#### (実施例6)

本例では、基体の表面上に金属下地層を介して強磁性金属層が形成される磁気記録媒体において、強磁性金属層の膜厚を限定する効果について示す。この効果を20 確認するため、強磁性金属層の膜厚を1nm~40nmの範囲で変えて成膜を行った。この時、金属下地層の膜厚は、50nmに固定した。

他の点は実施例3と同様とした。

図8に、作製した媒体の磁気特性を○印で示した。図8の横軸は、CoCrTaからなる金属下地層の膜厚を示す。図8の縦軸は、この時の試料の円周方向の保磁力 $H_c$ である。また、比較例として、従来媒体(CoCrTa膜中の酸素濃度が260wtppmの場合)に対しても同様の評価をした。その結果は、図8の●印である。

図8から、強磁性金属層の膜厚が2.5nm~40nmの範囲にて、従来媒体より保磁力が高いものが得られることが分かった。また、強磁性金属層の膜厚を30 5nm~20nmの範囲に限定すると、保磁力を2500Oe以上とすることができる。従来は、強磁性金属層の膜厚が20nm以下になると保磁力の大幅な減少が見られたが、本発明により、20nm以下でも良好な保磁力が得られ、媒体設計の自由度も一層広げることが可能となった。

#### (実施例7)



本例では、基体の表面上に強磁性金属層が形成される磁気記録媒体において、強磁性金属層に含まれる酸素濃度を限定する効果について示す。この効果を確認するため、強磁性金属層を形成する時のArガスに含まれる不純物濃度を10 ppb～1 ppmの範囲で変えて成膜を行った。

- 5 本例で媒体作製に用いたスパッタ装置は、実施例1と同じアネルバ製のマグネトロンスパッタ装置（型番ILC3013：ロードロック式静止対向型）である。  
表3は、本例の磁気記録媒体を作製する時の成膜条件である。

【表3】

10	項 目	設 定 値
15	①基体の材質	Al-Mg合金（膜厚10 $\mu$ mの（Ni-P）めっき膜付き）
	②基体の直径および形状	89mm、ディスク形状
	③基体の表面形状	テクスチャ付き、Ra=5nm
20	④到達真空度（Torr）	5 $\times$ 10 <sup>-7</sup> （全室とも同じ）
	⑤Arガス中の不純物濃度	10 ppb～1 ppm（成膜室1）
	⑥Arガス圧（mTorr）	2（成膜室1）
	⑦基体表面の保持温度（℃）	230（全室とも同じ）
25	⑧ターゲットの材料（at%）	Co <sub>85</sub> Cr <sub>15</sub>
	⑨ターゲットの直径（inch）	6
	⑩ターゲット中の不純物濃度（ppm）	20
	⑪ターゲットと基体との間隔（mm）	35
	⑫ターゲットへの投入パワー（W）	直流200
	⑬成膜時に基体へ印加した直流バイ	300
	アス（-Volt）	
30	⑭作製した膜厚（nm）	100

以下に、本例の磁気記録媒体の作製方法について、手順を追って説明する。以下の括弧付き番号は、その手順を表す。

(1) 基体としては、内／外径が25 mm／89 mm、厚さが1.27 mmのディスク形状をしたアルミニウム合金基板を用いた。アルミニウム合金基板の表面上には、めっき法により厚さ10  $\mu$ mの(Ni-P)膜を設けた。(Ni-P)膜の表面には、機械的な手法で同心円状の軽微なキズ(テクスチャー)が付いており、ディスク半径方向に走査したときの基体の表面粗さは、平均中心線粗さRaが5 nmであった。

(2) 上記基体は、後述する成膜の前に、機械的および化学的な手法による洗浄処理と、熱風などによる乾燥処理がなされた。

(3) 上記の乾燥処理が済んだ基体を、スパッタ装置の仕込室に配置された材質がアルミからなる基体ホルダーにセットした。仕込室の内部を、真空排気装置によって、到達真空度が $3 \times 10^{-9}$  Torrまで排気した後、基体に対して、赤外線ランプを用いて、230℃、5分間の加熱処理をした。

(4) 仕込室からCoCr膜作製の成膜室1に、前記の基体ホルダーを移動した。移動した後も基体は、赤外線ランプにて、230℃に加熱保持した。但し、成膜室1は事前に到達真空度が $3 \times 10^{-9}$  Torrまで排気してあり、前記の基体ホルダー移動後は、仕込室と成膜室1の間にあるドアバルブは閉じた。使用したCoCrターゲットの不純物濃度は20 ppmであった。

(5) 成膜室1の中にArガスを導入し、成膜室1のガス圧を2 mTorrとした。使用したArガスに含まれる不純物濃度は、10 ppb～1 ppmの範囲で変えた。

(6) CoCrターゲットに直流電源から電圧200 Wを印加してプラズマを発生させる。その結果、CoCrターゲットはスパッタされ、ターゲットと平行して対向する位置にある基体の表面上に、膜厚100 nmのCoCr層を形成した。

(7) CoCr層を形成した後、成膜室1から取り出し室に、前記の基体ホルダーを移動した。その後、取り出し室にN<sub>2</sub>ガスを導入して大気圧としてから基体を取り出した。上記(1)～(6)の工程により、層構成がCoCr/NiP/Alである磁気記録媒体を作製した。

尚、ターゲットには、不純物を極力抑えたものを用いた。使用したターゲット組成は、85 at% Co, 15 at% Crであり、ターゲットの不純物濃度は20 ppmであった。不純物は、Fe: 27, Si < 10, Al < 10, C: 30, O: 20, N > 10 (wt ppm)であった。

図9に、作製した媒体の磁気特性を○印で示した。図9の横軸は、CoNiCr膜中の酸素濃度を示す。この酸素濃度の測定は、SIMSによって行った。図9の縦軸は、この時の試料の円周方向の保磁力H<sub>c</sub>である。

従来、C o C r からなる強磁性金属層を形成する時に用いていたA r ガス中の不純物濃度は1 ppmであった。また、従来媒体のC o C r 膜中の酸素濃度は260 wt ppmであり、印にて従来媒体の保磁力を図9に示した。

5 本例では、図9が示すとおり、C o C r 膜中の酸素濃度を100 wt ppm以下にすることにより膜面に垂直方向の保磁力が大幅に増加するという結果が得られた。この時の飽和磁化の値は、ほぼ一定であることが別途観測された。

10 従って、強磁性金属層の酸素濃度を100 wt ppm以下にすると、従来のC o C r からなる強磁性金属層の酸素濃度が260 wt ppmの場合に有した保磁力を、20%以上増加できることが判明した。すなわち、強磁性金属層の酸素濃度を低減することで、高記録密度化に対応可能な媒体が実現できることが確認された。

また、本例では、基体の表面上に強磁性金属層が形成される磁気記録媒体において、強磁性金属層がC o C r の場合を説明したが、強磁性金属層をC o C r T a、C o P t とした場合も上述と同様の傾向が確認できた。

15 さらに、基体の表面上に軟磁性膜、例えばN i F e、C o Z r N bなどを介して強磁性金属層を設けた場合でも、上述と同様の効果があった。

以上の実施例では、基体としてN i - P / A l 基板を用いたが、基体の表面上に非磁性層が設けてある場合、例えばT i、Cなどが形成されたガラス基板などを用いた場合でも有効であることが確認できた。

#### 20 (実施例8)

本例では、基体の表面上に金属下地層を介して強磁性金属層が形成される磁気記録媒体において、規格化保磁力 ( $H_c / H_k^{\text{grain}}$ と表記する) を限定する効果について示す。この効果を確認するため、強磁性金属層と金属下地層を形成する時のA r ガスに含まれる不純物濃度を10 ppbか1 ppmに、2層とも一緒に変えて成膜を行った。この時、金属下地層の材料はC rであり、その膜厚は50 nmに固定した。また、強磁性金属層の材料は6種類のC o基合金であり、その膜厚は40 nmに固定した。上記6種類のC o基合金とは、 $\text{Co}_{62.5}\text{-Ni}_{30}\text{-Cr}_{7.5}$ 、 $\text{Co}_{85.5}\text{-Cr}_{10.5}\text{-Ta}_4$ 、 $\text{Co}_{75}\text{-Cr}_{13}\text{-Pt}_{12}$ 、 $\text{Co}_{70}\text{-Ni}_{20}\text{-Pt}_{10}$ 、 $\text{Co}_{82.5}\text{-Ni}_{26}\text{-Cr}_{7.5}\text{-Ta}_4$ 、 $\text{Co}_{75.5}\text{-Cr}_{10.5}\text{-Ta}_4\text{-Pt}_{10}$ である。ここで、各元素の後に記載した数字は、その元素の比率を(at%)で表記したものである。

30 他の点は実施例3と同様とした。

図10に、作製した媒体の磁気特性を○印で示した。図10の横軸は、規格化保磁力 ( $H_c / H_k^{\text{grain}}$ ) であり、図10の縦軸は、作製した媒体のノイズNである。媒体ノイズの測定方法と測定条件は、実施例5と同様とした。また、比較

例として、従来媒体（強磁性金属層中の酸素濃度が260 w t p p mの場合）に対しても同様の評価をした。その結果は、図10の印である。

図10に示した各Co基合金の規格化保磁力の値は、表4に示した。

5 【表4】

	組成 (a t %)	本例の 規格化保磁力	従来例の 規格化保磁力
10	Co <sub>62.5</sub> -Ni <sub>30</sub> -Cr <sub>7.5</sub>	0.40	0.18
	Co <sub>85.5</sub> -Cr <sub>10.5</sub> -Ta <sub>4</sub>	0.42	0.28
	Co <sub>75</sub> -Cr <sub>13</sub> -Pt <sub>12</sub>	0.38	0.19
	Co <sub>70</sub> -Ni <sub>20</sub> -Pt <sub>10</sub>	0.35	0.20
	Co <sub>82.5</sub> -Ni <sub>26</sub> -Cr <sub>7.5</sub> -Ta <sub>4</sub>	0.41	0.24
15	Co <sub>75.5</sub> -Cr <sub>10.5</sub> -Ta <sub>4</sub> -Pt <sub>10</sub>	0.38	0.25

図10から、強磁性金属層の材料には依存せず、従来媒体の規格化保磁力は0.3より小さいのに対して、本例の媒体は0.3以上の高い値を有することが分かった。また、媒体ノイズは、従来媒体より本例の媒体の方が全て小さかった。ところで、規格化保磁力の上限値は、理論的には結晶粒が完全に孤立した場合0.5をとることが示されているが、薄膜のような多少なりともランダムな部分を有する系では、0.5より小さい値を有する。

20 従って、強磁性金属層の規格化保磁力 ( $H_c/H_{k\text{ grain}}$ ) を0.3以上0.5未満の範囲に限定することにより、高記録密度化に対応可能な低ノイズ媒体が実現できることが確認された。

以上の実施例では、基体としてNi-P/Al基板を用いたが、この他にAl, ガラス, Si, Ti, C, セラミック, プラスチック, 樹脂、並びにこれらに金属膜や絶縁膜を形成したものをを用いることができる。

30 (実施例9)

本例では、基体の表面上にスパッタ法により金属下地層と強磁性金属層とを順次形成してなる磁気記録媒体の製造方法において、成膜に用いるArガスの不純物濃度を、10 p p b以下および100 p p t以下に限定する効果について示す。この効果を確認するため、強磁性金属層と金属下地層を形成する時のArガスに

含まれる不純物濃度を、 $10\text{ ppt} \sim 10\text{ ppm}$ の範囲で一緒に変えて成膜を行った。

他の点は実施例3と同様とした。

図11に、作製した媒体の磁気特性を○印で示した。図11の横軸は、強磁性金属層と金属下地層を形成する時のArガスに含まれる不純物濃度であり、図11の縦軸は、この時の試料の円周方向の保磁力Hcである。また、比較例として、従来媒体の結果を●印で示した。但し、従来媒体の作製時に用いていたArガスに含まれる不純物濃度は、 $1\text{ ppm}$ 以上である。

図11から、Arガスに含まれる不純物濃度が $10\text{ ppb}$ 以下の場合には、従来より30%以上高い保磁力を有する媒体が得られることが分かった。また、Arガスに含まれる不純物濃度を $100\text{ ppt}$ 以下にすると、従来より50%以上高い保磁力が実現できるのでさらに好ましい。

また、上述の効果は、金属下地層を介さずに基体の表面に直接Co基合金層を設ける場合でも、有効であることが別途確認された。

#### 15 (実施例10)

本例では、金属下地層を形成する前に、基体の表面に対してクリーニング処理をおこなう効果について示す。この効果を確認するために行ったクリーニング方法と、その手順は以下のとおりである。

(1) 実施例3で用いたアルミニウム合金基板からなる基体を、クリーニング処理室内に配置した後、その処理室内を $6 \times 10^{-7}\text{ Torr}$ まで真空排気した。

(2) 上記基体の表面温度が $230^\circ\text{C}$ になるように、赤外線ランプを用いて5分間加熱をした。

(3) 上記のクリーニング処理室内に、不純物濃度が $10\text{ ppb}$ のArガスを導入し、ガス圧を $1\text{ mTorr}$ とした。

25 (4) 上記基体に対して、RF電源から電圧を印加し、クリーニング処理を行った。その条件は、電力密度 $2.5\text{ W/cm}^2$ 、クリーニング速度 $0.013\text{ nm/sec}$ であり、クリーニング時間を変化させることで剥離量を $0 \sim 2.4\text{ nm}$ まで変えた。

30 (5) その後、上記基体の表面上に、金属下地層としてCr膜、強磁性金属層としてCoNiCr膜、保護層としてC膜を作製した。その成膜条件は、実施例3と同様とした。

図12に、上記クリーニング処理による基体表面の剥離量と、作製した媒体の保磁力との関係を示した。横軸は、(Ni-P)層表面に対するクリーニング処理時間であり、130秒が $2.4\text{ nm}$ の剥離量に相当する。縦軸はこの時の媒体

の保磁力を示し、 $H_c(cir)$  はディスク状基体の円周方向の保磁力、 $H_c(rad)$  は半径方向の保磁力の値を、それぞれ○印と□印で示した。また、比較例として、不純物濃度が 20 ppb の Ar ガスにてクリーニング処理した場合の媒体の保磁力も●印と■印で示した。

- 5 図 12 が示すように、クリーニング処理による基体表面の剥離量が 0.2 nm ~ 1.0 nm で円周方向または半径方向の保磁力は増加し、また保磁力の比  $H_c(cir)/H_c(rad)$  も変化させることができる。保磁力の増大には、特に 0.3 nm ~ 0.6 nm が有利であることが分かった。

- 10 図 13 は、この時の各媒体表面の X 線回折結果であり、クリーニング処理により Cr 下地層の結晶構造とその上の Co 合金層の結晶構造が変化し、剥離量が大きすぎると Cr (200) 及び CoNiCr (110) の回折ピークが消失してしまうことを示している。

- 従って、金属下地層を形成する前に、基体の表面を適切な剥離量だけクリーニング処理することは、高い保磁力を実現するために有効であることが分かった。
- 15 この効果は、他の Co 基合金、例えば  $Co_{85.5}-Cr_{10.5}-Ta_4$ 、 $Co_{75}-Cr_{13}-Pt_{12}$ 、 $Co_{70}-Ni_{20}-Pt_{10}$ 、 $Co_{82.5}-Ni_{26}-Cr_{7.5}-Ta_4$ 、 $Co_{75.5}-Cr_{10.5}-Ta_4-Pt_{10}$  でも確認できた。ここで、各元素の後に記載した数字は、その元素の比率を (at%) で表記したものである。また、上述の効果は、金属下地層を介さずに基体の表面に直接 Co 基合金層を設ける場合でも、有効であることが別途確認された。

20 (実施例 11)

- 本例では、金属下地層を形成する際に用いたターゲットの不純物濃度を、150 ppm 以下に限定する効果について示す。この効果を確認するため、Cr からなる金属下地層を形成する時のターゲットに含まれる不純物濃度を、50 ppm ~ 300 ppm の範囲で変えて成膜を行った。この時、強磁性金属層を形成する
- 25 ために用いた CoNiCr ターゲットの不純物濃度は、20 ppm であった。また、金属下地層および強磁性金属層を形成する際に用いた Ar ガスの不純物濃度は、1.5 ppb であった。

他の点は実施例 19 と同様とした。

- 図 14 に、金属下地層を形成する際に用いたターゲットの不純物濃度と、作製
- 30 した媒体の保磁力との関係を示した。縦軸は、ディスク状基体の円周方向の保磁力の値を示した。

図 14 が示すように、金属下地層を形成する際に用いたターゲットの不純物濃度を 150 ppm 以下とした場合、媒体の保磁力が急激に増加することが分かった。

## (実施例 1 2)

本例では、強磁性金属層を形成する際に用いたターゲットの不純物濃度を、  
30 ppm以下に限定する効果について示す。この効果を確認するため、強磁性  
金属層を形成する時のターゲットとして  $\text{Co}_{85.5}\text{-Cr}_{10.5}\text{-Ta}_4$  を用い、このターゲ  
5 ットに含まれる不純物濃度を、5 ppm～200 ppmの範囲で変えて成膜を行  
った。この時、金属下地層を形成するために用いたCrターゲットの不純物濃度  
は、120 ppmであった。また、金属下地層および強磁性金属層を形成する際  
に用いたArガスの不純物濃度は、1.5 ppbであった。

他の点は実施例 1 9と同様とした。

- 10 図 1 5 に、強磁性金属層を形成する際に用いたターゲットの不純物濃度と、作  
製した媒体の保磁力との関係を示した。縦軸は、ディスク状基体の円周方向の保  
磁力の値を示した。

図 1 5 が示すように、強磁性金属層を形成する際に用いたターゲットの不純物  
濃度を 30 ppm以下とした場合、媒体の保磁力が急激に増加することが分か  
15 った。

## (実施例 1 3)

- 本例では、金属下地層及び／または強磁性金属層の形成時に、基体に負のバイ  
アスを印加する効果について示す。この効果を確認するため、上記の印加バイ  
アスの値を 0 ～ -500 V の範囲で変えて成膜を行った。また、バイアスを印加し  
20 て作製する層の組み合わせとしては、3 種類（金属下地層のみ、強磁性金属層の  
み、金属下地層と強磁性金属層の 2 層とも）実施した。この時、金属下地層を形  
成するために用いたCrターゲットの不純物濃度は 120 ppmであり、強磁性  
金属層を形成するために用いた  $\text{CoNiCr}$  ターゲットの不純物濃度は 20 ppm  
であった。また、金属下地層および強磁性金属層を形成する際に用いたArガス  
25 の不純物濃度は、1.5 ppbであった。

他の点は実施例 1 9と同様とした。

- 図 1 6 に、基体に印加した負のバイアス値と、作製した媒体の保磁力との関係  
を示した。縦軸は、ディスク状基体の円周方向の保磁力の値を○印で示した。ま  
た、比較例として、従来媒体（ $\text{CoNiCr}$  膜中の酸素濃度とCr膜中の酸素濃  
30 度が両方とも 260 wt ppmの場合）に対しても同様の評価をした。その結果  
は、図 1 6 の●印である。

図 1 6 が示すように、各単層を形成する場合のみバイアス印加しても、媒体の  
保磁力は増加するが、2 層ともバイアス印加することでさらに保磁力を高くでき  
るのでより好ましい。また、印加バイアスの値を -100 V ～ -400 V の範囲

に限定すると、バイアス印加なしの場合と比べて10%以上高い保磁力が実現できることが分かった。

(実施例14)

本例では、金属下地層及び／または強磁性金属層を形成する成膜室の到達真空度を  $8 \times 10^{-8}$  Torr以下とする効果について示す。この効果を確認するため、上記の金属下地層及び強磁性金属層を形成する成膜室の到達真空度の値を  $3 \times 10^{-9}$  Torr $\sim 5 \times 10^{-7}$  Torrの範囲で変えて成膜を行った。この時、金属下地層を形成するために用いたCrターゲットの不純物濃度は120ppmであり、強磁性金属層を形成するために用いたCoNiCrターゲットの不純物濃度は20ppmであった。また、金属下地層および強磁性金属層を形成する際に用いたArガスの不純物濃度は、1.5ppbであった。

他の点は実施例19と同様とした。

図17に、金属下地層及び強磁性金属層を形成する成膜室の到達真空度と、作製した媒体の保磁力との関係を示した。縦軸は、ディスク状基体の円周方向の保磁力の値を示した。

図17が示すように、上記の到達真空度を  $8 \times 10^{-8}$  Torr以下とすると、保磁力が急激に増加した。また、  $5 \times 10^{-8}$  Torr以下では、2000Oe以上の高い保磁力が得られることからより好ましい。

また、金属下地層または強磁性金属層を形成する成膜室の到達真空度を  $8 \times 10^{-8}$  Torr以下とした場合も、保磁力の増加が別途確認できた。

(実施例15)

本例では、金属下地層及び／または強磁性金属層を形成する際の基体の表面温度を60℃ $\sim$ 150℃とする効果について示す。この効果を確認するため、上記の金属下地層及び強磁性金属層を形成する際の基体の表面温度の値を25℃ $\sim$ 250℃の範囲で変えて成膜を行った。この時、金属下地層を形成するために用いたCrターゲットの不純物濃度は120ppmであり、強磁性金属層を形成するために用いたCoNiCrターゲットの不純物濃度は20ppmであった。また、金属下地層および強磁性金属層を形成する際に用いたArガスの不純物濃度は、1.5ppbであった。基体としては、表面粗さRaが0.7nmのテクスチャ処理されたNiP/Al基板を用いた。

他の点は実施例19と同様とした。

図18に、金属下地層及び／または強磁性金属層を形成する際の基体の表面温度と、作製した媒体の保磁力との関係を示した。縦軸は、ディスク状基体の円周方向の保磁力の値を○印で示した。また、従来例として、金属下地層及び強磁性



金属層を形成する際に用いたA r ガスの不純物濃度を20 p p bとした場合の保磁力も●印で示した。

図19は、金属下地層及び／または強磁性金属層を形成する際の基体の表面温度と、作製した媒体の表面粗さR aとの関係を示した。

- 5 図18が示すように、上記の表面温度を60℃以上とすると、従来媒体より高い保磁力が得られた。一方、図19が示すように、150℃以上では、媒体の表面粗さR aが増加した。このような媒体に対して、磁気ヘッドの浮上量を15 nmとした磁気ヘッド浮上試験を行ったところ、磁気ヘッドが媒体の表面と衝突する現象、すなわちヘッドクラッシュが多発した。また、金属下地層または強磁性金属層を形成する際の基体の表面温度を60℃～150℃とした場合もヘッドクラッシュは発生しなかった。

従って、従来より高い保磁力と、15 nm以下の低い磁気ヘッド浮上量とを同時に実現するためには、金属下地層及び／または強磁性金属層を形成する際の基体の表面温度を60℃～150℃とすることが必要であることが分かった。

- 15 また、従来では高い保磁力が得られない低温で媒体作製が可能なことから、加熱によって基体からガスが発生する等の理由から利用できなかった基体、例えばセラミック、プラスチック、樹脂なども利用可能となった。

- 20 以上の実施例では、基体としてN i - P / A l基板を用いたが、基体の表面上に非磁性層が設けてある場合、例えばT i , Cなどが形成されたガラス基板などを用いた場合でも有効であることが確認できた。

(実施例16)

- 本例では、基体の表面粗さR aを、3 nm以下または1 nm以下とする効果について示す。この効果を確認するため、上記の表面粗さの値を0.5 nm～7 nmの範囲で変えて成膜を行った。この時、金属下地層を形成するために用いたC rターゲットの不純物濃度は120 p p mであり、強磁性金属層を形成するために用いたC o N i C rターゲットの不純物濃度は20 p p mであった。また、金属下地層および強磁性金属層を形成する際に用いたA r ガスの不純物濃度は、1.5 p p bであった。

他の点は実施例19と同様とした。

- 30 図20に、基体の表面粗さR aと、作製した媒体の保磁力との関係を示した。縦軸は、ディスク状基体の円周方向の保磁力の値を○印で示した。また、従来例として、金属下地層及び強磁性金属層を形成する際に用いたA r ガスの不純物濃度を20 p p bとした場合の保磁力も●印で示した。

図20が示すように、基体の表面粗さR aを3 nm以下とすることにより、30

%以上高い保磁力がえられた。また、 $R_a$ が1nm以下では、さらに保磁力が増加するのでより好ましい。一方、従来媒体では、 $R_a$ が小さくなると急激に保磁力は減少した。

- 5 従って、本例では、磁気ヘッドの低浮上量化が実現できる小さな $R_a$ 値と、高保磁力化が同時に達成できることから、高記録密度化に対応する媒体として望ましいものが得られる。

(実施例17)

- 本例では、金属下地層及び／または強磁性金属層を形成する際に用いるガスをArの代わりに、 $(Ar + N_2)$ または $(Ar + H_2)$ とした効果について示す。
- 10 この時、金属下地層を形成するために用いたCrターゲットの不純物濃度は120ppmであり、強磁性金属層を形成するために用いたCoNiCrターゲットの不純物濃度は20ppmであった。また、金属下地層および強磁性金属層を形成する際に用いたArガスの不純物濃度は、1.5ppbであった。

他の点は実施例19と同様とした。

- 15 図21に、 $(Ar + N_2)$ ガス中における $N_2$ ガスの比率と、作製した媒体の保磁力との関係を○印で示した。図22に、 $(Ar + H_2)$ ガス中における $N_2$ ガスの比率と、作製した媒体の保磁力との関係を○印で示した。また、比較例として、従来媒体(CoNiCr膜中の酸素濃度とCr膜中の酸素濃度が両方とも260wtppmの場合)に対しても同様の評価をした。その結果は、図21および図22の●印である。

図21が示すように、 $(Ar + N_2)$ ガス中における $N_2$ ガスの比率を0.05以下とした場合には、Arガスのみの場合より高い保磁力が得られた。また図22が示すように、 $(Ar + H_2)$ ガス中における $H_2$ ガスの比率を0.03以下とした場合にも、Arガスのみの場合より高い保磁力が得られた。

- 25 従って、金属下地層及び／または強磁性金属層を形成する際に用いるガスが、Arガスに、 $N_2$ ガス、 $H_2$ ガスのうち少なくとも1つを混合して用いることにより、高記録密度化に対応する高保磁力媒体が実現できる。

#### 産業上の利用可能性

- 30 本発明の磁気記録媒体により、高い保磁力と低い媒体ノイズが実現でき、高記録密度化に対応可能な磁気記録媒体を提供することができる。

本発明の磁気記録媒体の製造方法により、強磁性金属膜中において結晶粒子の磁氣的孤立度が向上して保磁力を増大することができる。また、媒体ノイズも低減することから、記録再生特性も改善できる。さらに、強磁性金属膜中にPtを

含まない安価な材料で、量産性の高い操作で製造できるため、高記録密度化に対応する磁気記録媒体のコストを大幅にダウンすることが可能となる。

5

10

15

20

25

30

## 請求の範囲

1. 基体の表面上に金属下地層を介して強磁性金属層が形成され、磁化反転を利用した磁気記録媒体において、該強磁性金属層の酸素濃度を100wtppm以下としたことを特徴とする磁気記録媒体。  
5
2. 基体の表面上に金属下地層を介して強磁性金属層が形成され、磁化反転を利用した磁気記録媒体において、該金属下地層の酸素濃度を100wtppm以下としたことを特徴とする磁気記録媒体。
3. 前記強磁性金属層の酸素濃度を100wtppm以下としたことを特徴とする請求項2に記載の磁気記録媒体。  
10
4. 前記強磁性金属層は、Co基合金であることを特徴とする請求項1乃至3のいずれか1項に記載の磁気記録媒体。
5. 前記Co基合金は、CoNiCr, CoCrTa, CoPtCr, CoPtNi, CoNiCrTa, CoCrPtTaのうち、いずれか1つの合金であることを特徴とする請求項1乃至4のいずれか1項に記載の磁気記録媒体。  
15
6. 前記金属下地層がCrであることを特徴とする請求項1乃至5のいずれか1項に記載の磁気記録媒体。
7. 前記金属下地層の膜厚が2.5nm~100nmであることを特徴とする請求項1乃至6のいずれか1項に記載の磁気記録媒体。
8. 前記金属下地層の膜厚が5nm~30nmであることを特徴とする請求項1乃至7のいずれか1項に記載の磁気記録媒体。  
20
9. 前記強磁性金属層の膜厚が2.5nm~40nmであることを特徴とする請求項1乃至8のいずれか1項に記載の磁気記録媒体。
10. 前記強磁性金属層の膜厚は、5nm~20nmであることを特徴とする請求項1乃至9のいずれか1項に記載の磁気記録媒体。  
25
11. 基体の表面上に強磁性金属層が形成され、磁化反転を利用した磁気記録媒体において、該強磁性金属層の酸素濃度を100wtppm以下としたことを特徴とする磁気記録媒体。
12. 前記強磁性金属層は、Co基合金であることを特徴とする請求項11に記載の磁気記録媒体。  
30
13. 前記Co基合金は、CoCr, CoCrTa, CoPtのうち、いずれか1つの合金であることを特徴とする請求項11又は12に記載の磁気記録媒体。
14. 前記基体の表面上に非磁性層が形成されていることを特徴とする請求項1乃至13のいずれか1項に記載の磁気記録媒体。

15. 前記強磁性金属層の規格化保磁力 ( $H_c/H_k$  grain と表記する) が、0.3以上0.5未満であることを特徴とする請求項1乃至14のいずれか1項に記載の磁気記録媒体。
16. 前記基体が、Al合金であることを特徴とする請求項1乃至15のいずれか1項に記載の磁気記録媒体。
17. 前記基体が、ガラスであることを特徴とする請求項1乃至15のいずれか1項に記載の磁気記録媒体。
18. 前記基体が、シリコンであることを特徴とする請求項1乃至15のいずれか1項に記載の磁気記録媒体。
- 10 19. 基体の表面上に、スパッタ法により金属下地層と強磁性金属層とを順次形成してなる磁気記録媒体の製造方法において、成膜に用いるArガスの不純物濃度が10ppb以下であることを特徴とする磁気記録媒体の製造方法。
20. 前記Arガスの不純物濃度が100ppt以下であることを特徴とする請求項19に記載の磁気記録媒体の製造方法。
- 15 21. 前記金属下地層を形成する前に、不純物濃度が10ppb以下であるArガスを用いて、前記基体の表面を高周波スパッタ法によるクリーニング処理をおこない、前記基体の表面を0.2nm~1nm除去することを特徴とする請求項19又は20に記載の磁気記録媒体の製造方法。
22. 前記金属下地層はCrであり、前記金属下地層を形成する際に用いたターゲットは、不純物濃度が150ppm以下であることを特徴とする請求項19乃至21のいずれか1項に記載の磁気記録媒体の製造方法。
- 20 23. 基体の表面上に、スパッタ法により強磁性金属層を形成してなる磁気記録媒体の製造方法において、成膜に用いるArガスの不純物濃度が10ppb以下であることを特徴とする磁気記録媒体の製造方法。
- 25 24. 前記Arガスの不純物濃度が100ppt以下であることを特徴とする請求項23に記載の磁気記録媒体の製造方法。
25. 前記強磁性金属層を形成する前に、前記基体の表面を高周波スパッタ法によるクリーニング処理をおこない、前記基体の表面を0.2nm~1nm除去することを特徴とする請求項23又は24に記載の磁気記録媒体の製造方法。
- 30 26. 前記強磁性金属層を形成する際に用いたターゲットは、不純物濃度が30ppm以下であることを特徴とする請求項19乃至25のいずれか1項に記載の磁気記録媒体の製造方法。
27. 前記金属下地層及び/または強磁性金属層の形成時に、前記基体に負のバイアスを印加することを特徴とする請求項19乃至26のいずれか1項に記載

の磁気記録媒体の製造方法。

28. 前記負のバイアスが、 $-100\text{V} \sim -400\text{V}$ であることを特徴とする請求項19乃至27のいずれか1項に記載の磁気記録媒体の製造方法。

29. 前記金属下地層及び／または強磁性金属層を形成する成膜室の到達真空度が、 $8 \times 10^{-8} \text{ Torr}$ 以下であることを特徴とする請求項19乃至28のいずれか1項に記載の磁気記録媒体の製造方法。

30. 前記金属下地層及び／または強磁性金属層を形成する際の前記基体の表面温度は、 $60^\circ\text{C} \sim 150^\circ\text{C}$ であることを特徴とする請求項19乃至29のいずれか1項に記載の磁気記録媒体の製造方法。

31. 前記基体は、表面に非磁性層が形成されていることを特徴とする請求項19乃至30のいずれか1項に記載の磁気記録媒体の製造方法。

32. 前記基体の表面粗さは、 $R_a$ が $3\text{nm}$ 以下であることを特徴とする請求項19乃至31のいずれか1項に記載の磁気記録媒体の製造方法。

33. 前記基体の表面粗さは、 $R_a$ が $1\text{nm}$ 以下であることを特徴とする請求項19乃至32のいずれか1項に記載の磁気記録媒体の製造方法。

34. 前記金属下地層及び／または強磁性金属層を形成する際に用いるガスが、 $\text{Ar}$ ガスに、 $\text{N}_2$ ガス、 $\text{H}_2$ ガスのうち少なくとも1つを混合して用いることを特徴とする請求項19乃至33のいずれか1項に記載の磁気記録媒体の製造方法。

20

25

30

F i g. 1

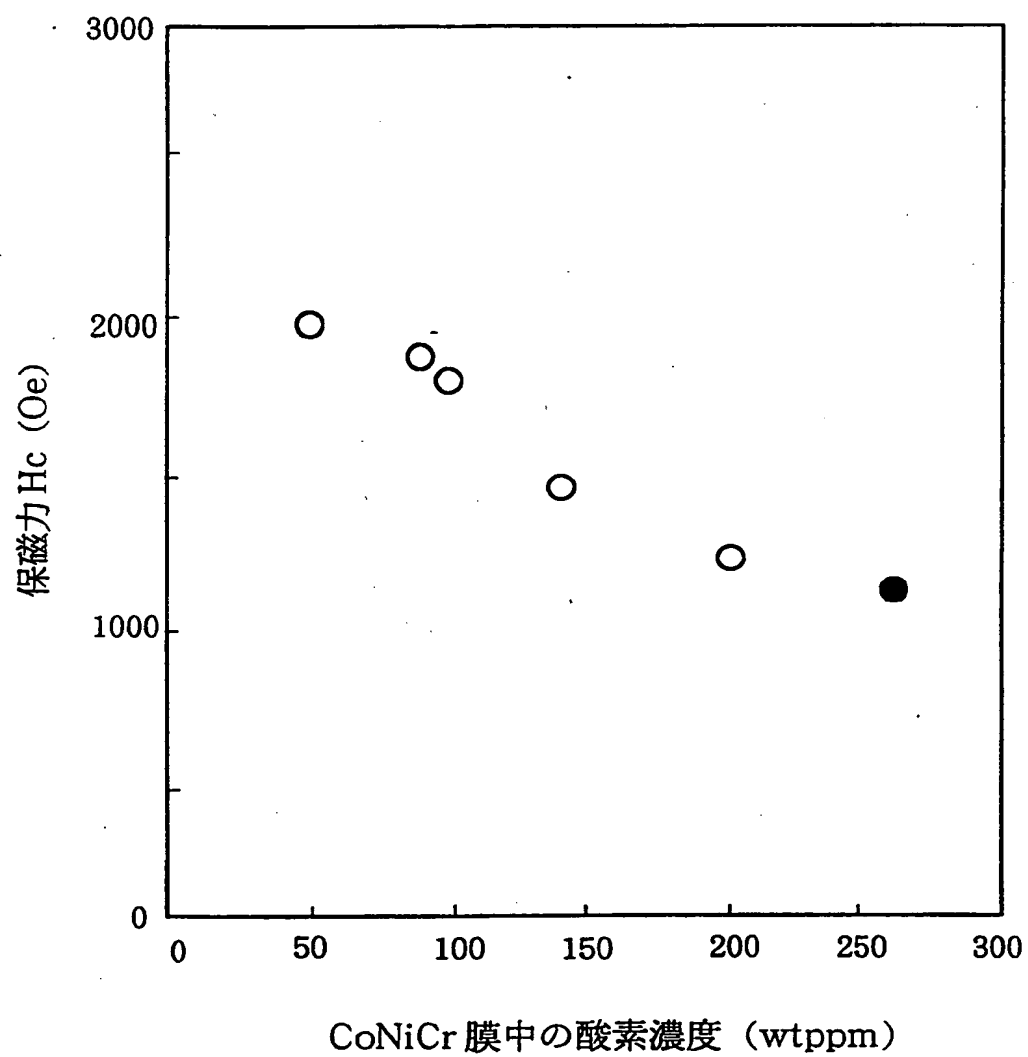
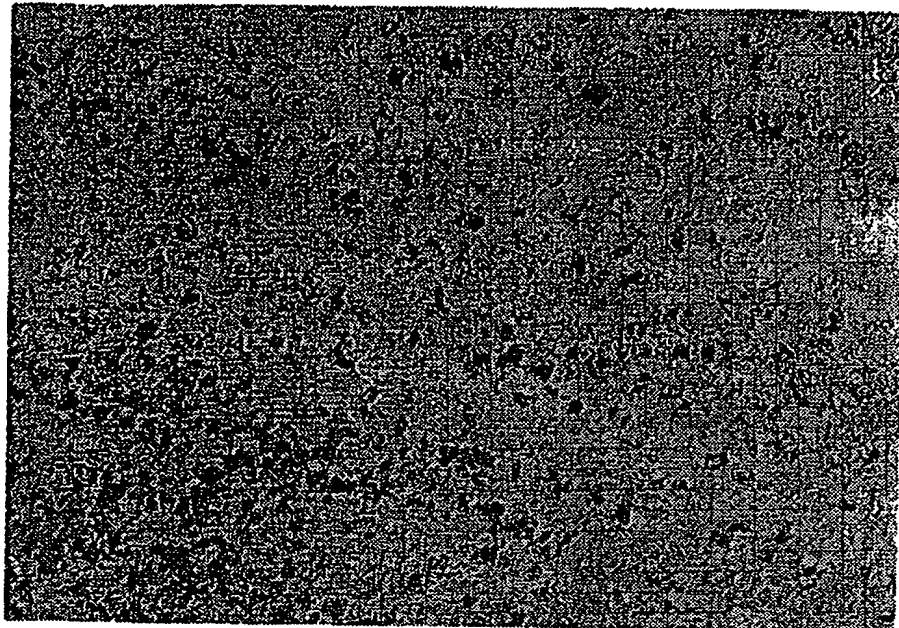
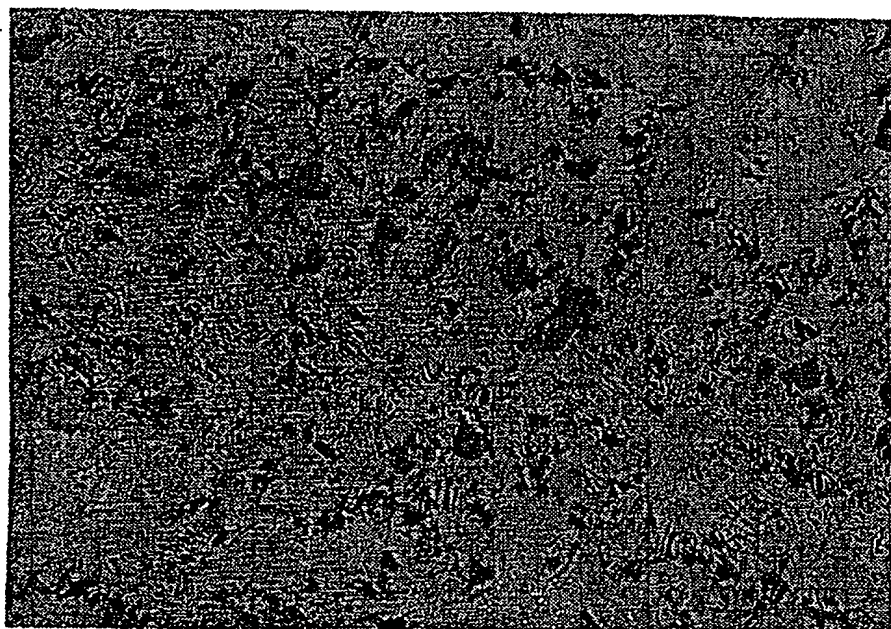


Fig. 2



× 100,000

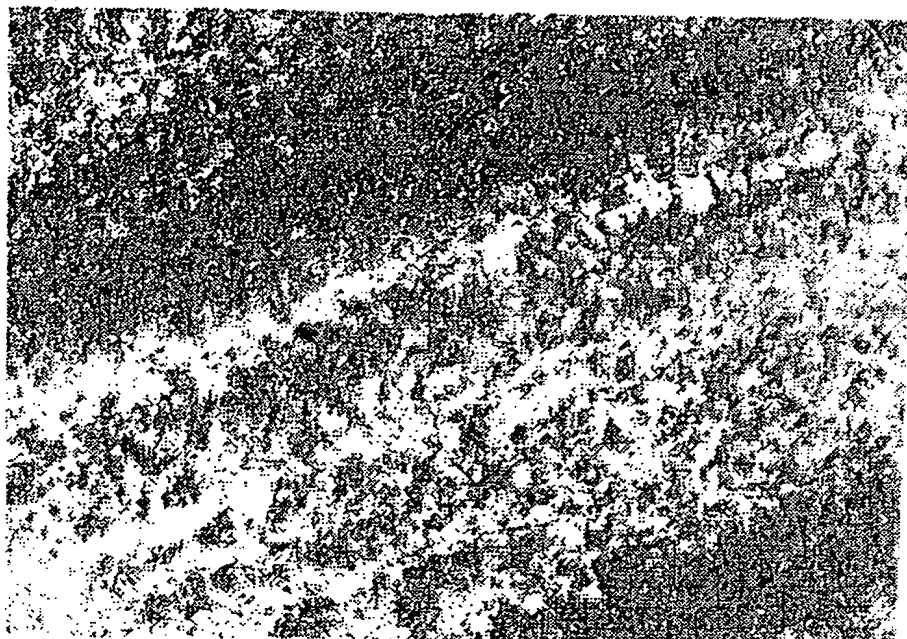


× 200,000

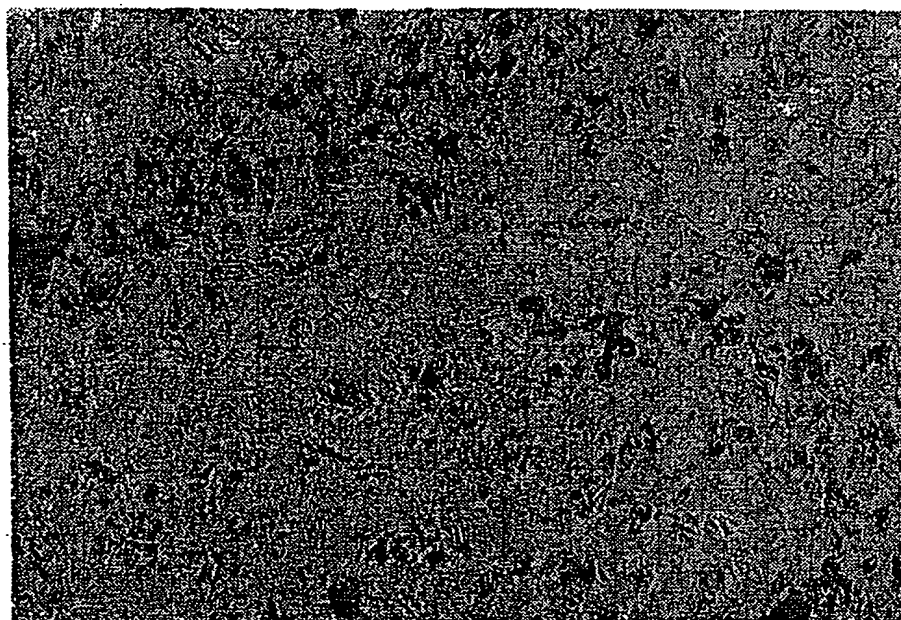
(Cr 到達真空度  $3.4 \times 10^{-6}$  Torr)



Fig. 3



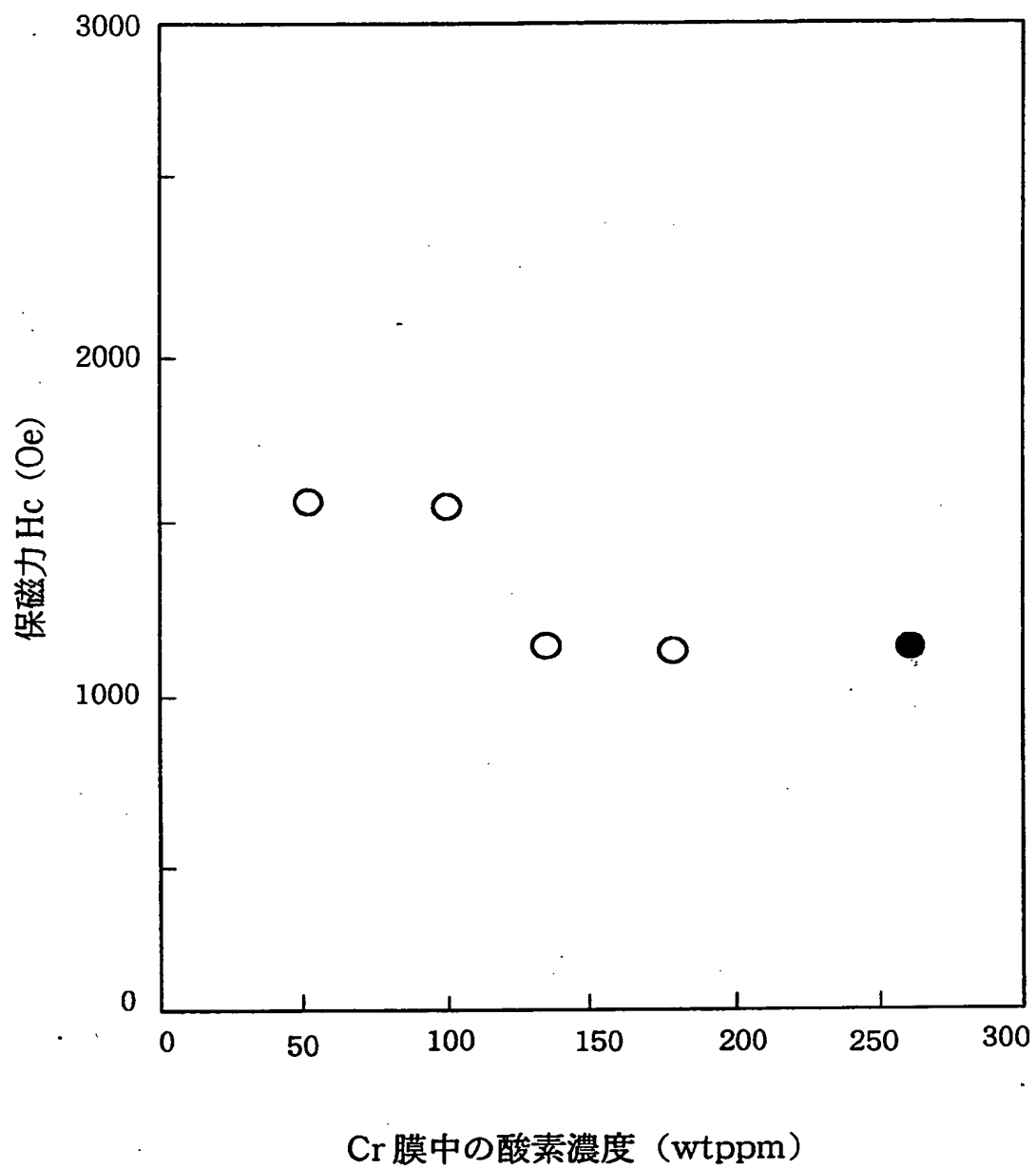
× 100,000



× 200,000

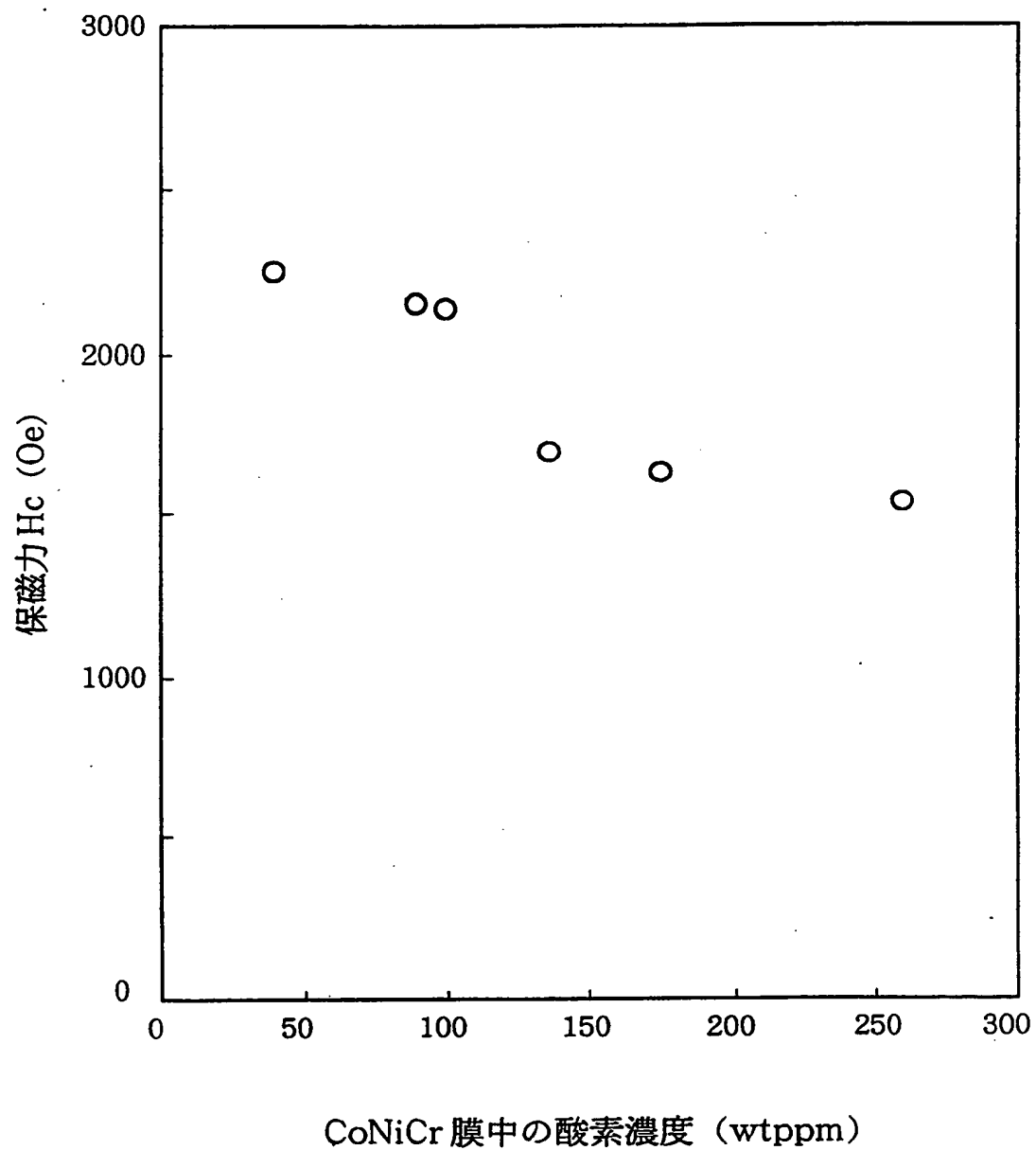
(Cr到達真空度  $3.3 \times 10^{-7}$  Torr)

F i g . 4



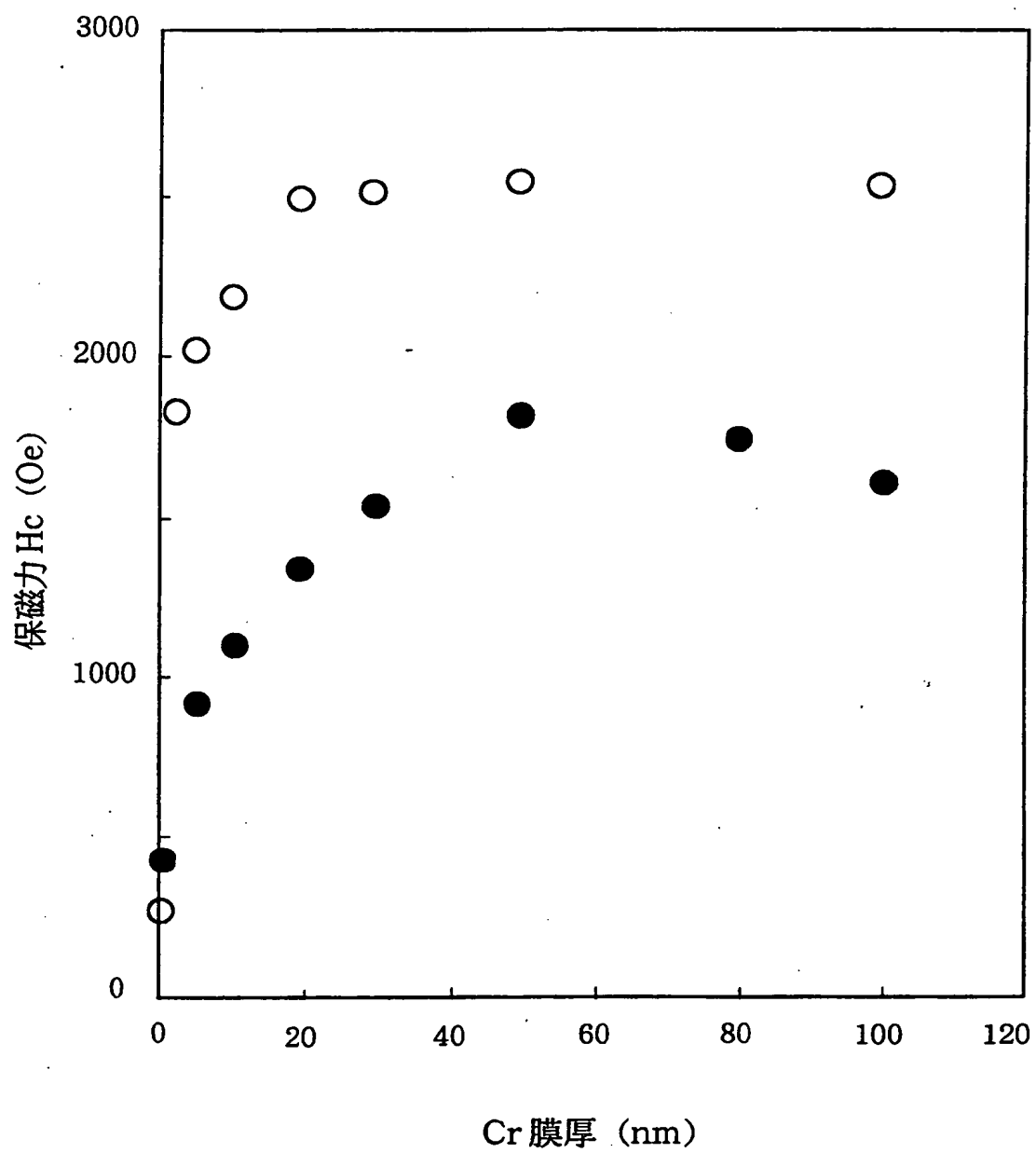
5/23

F i g. 5



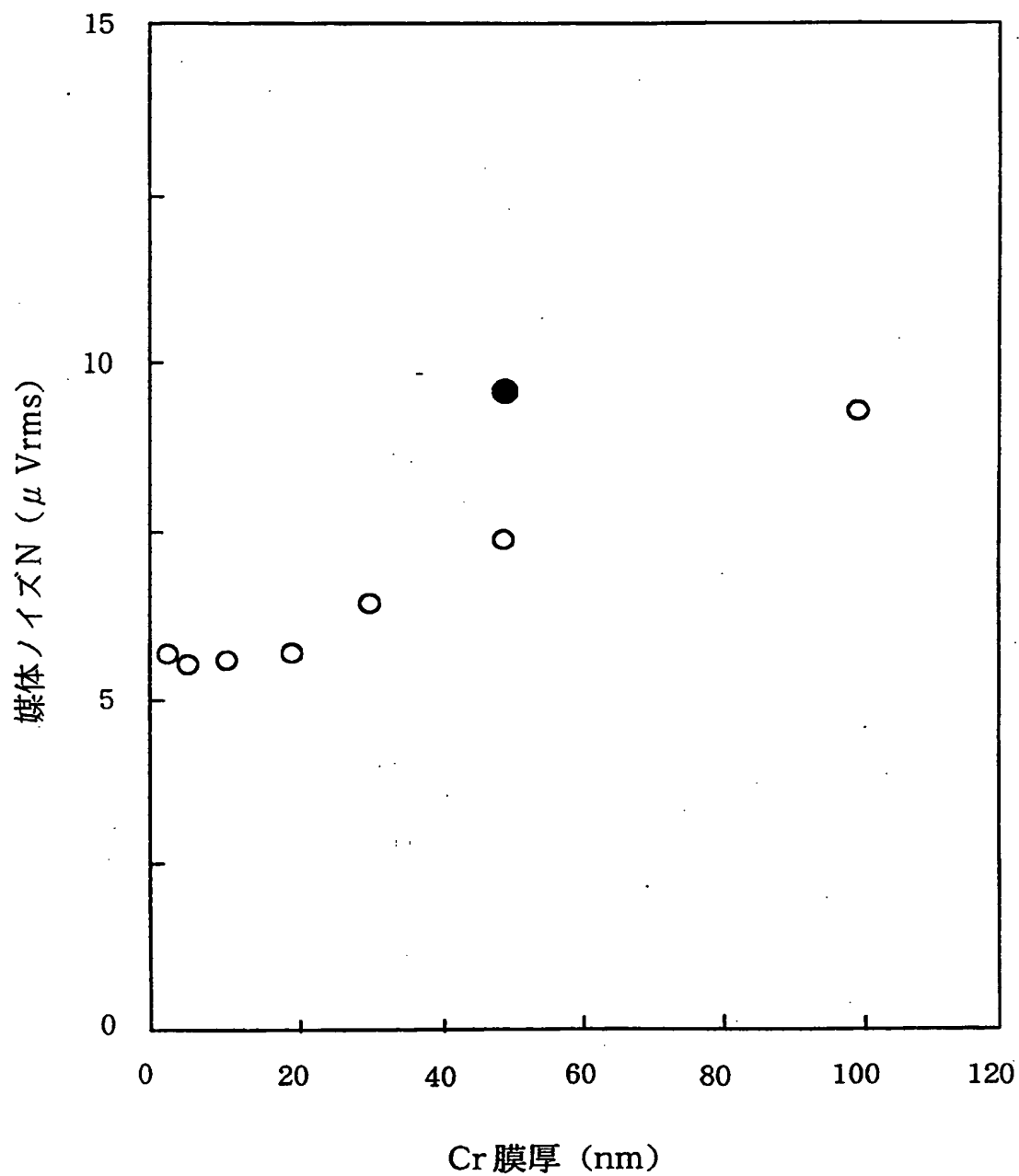
6/23

F i g . 6



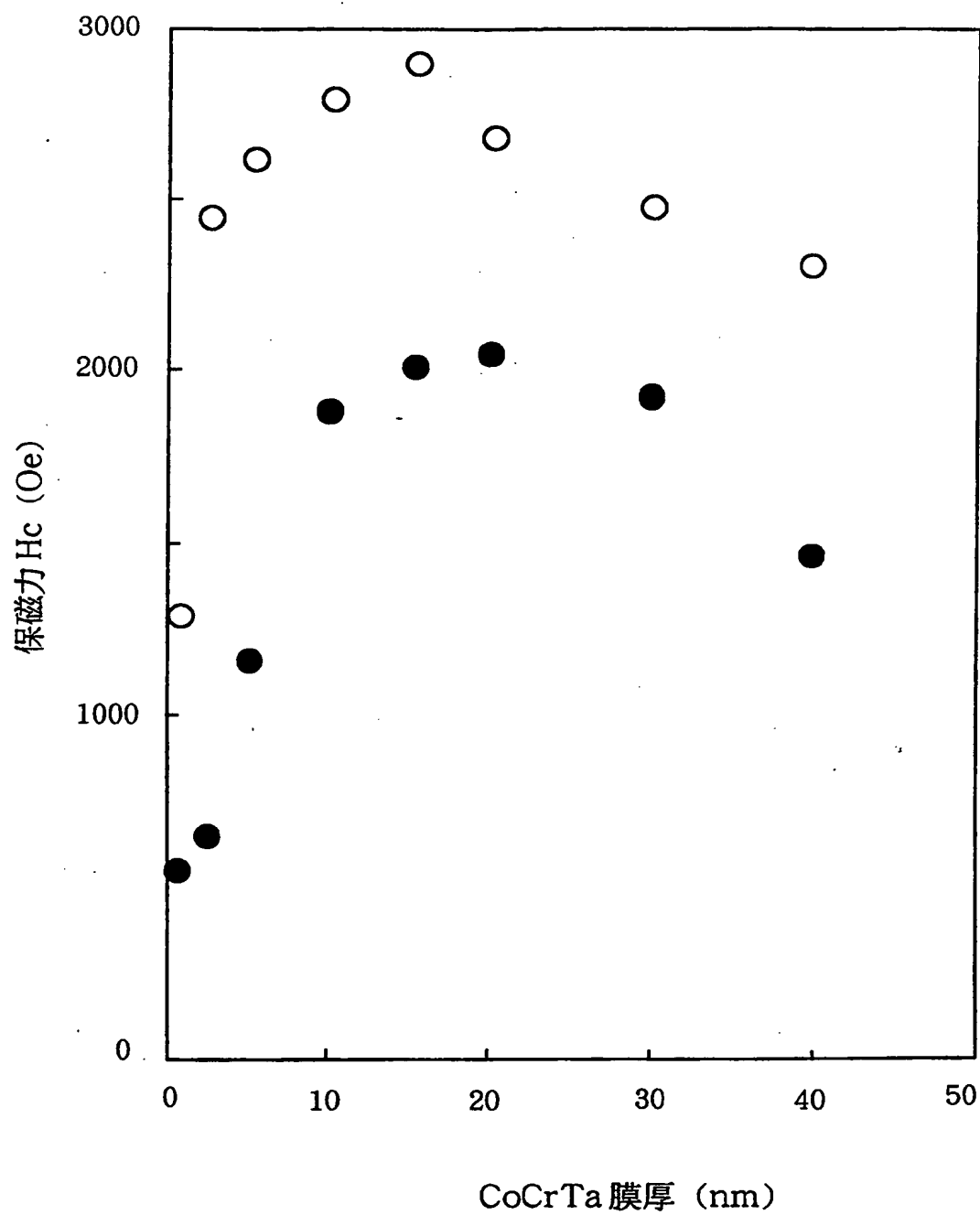
7/23

Fig. 7



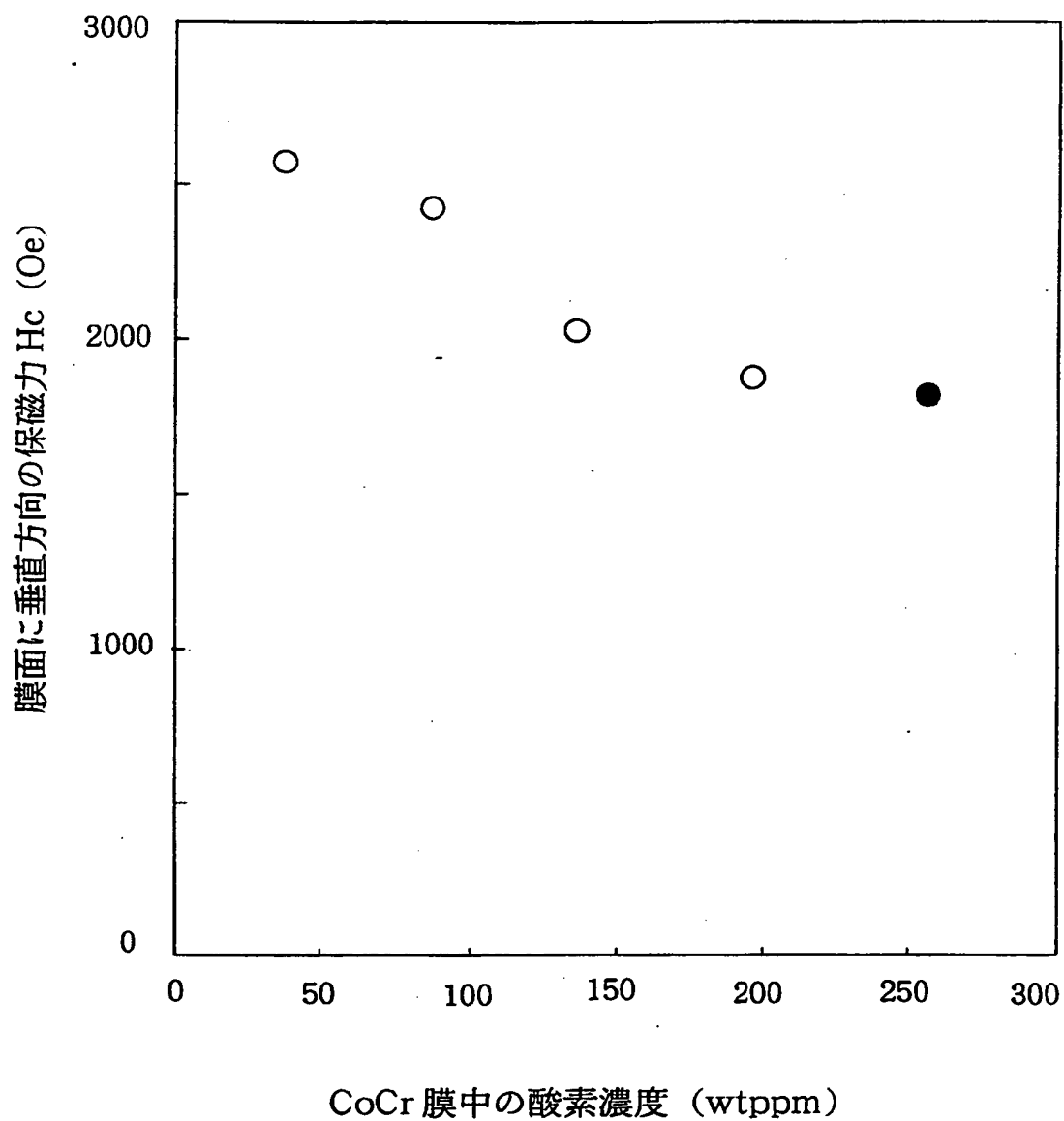
8/23

F i g. 8



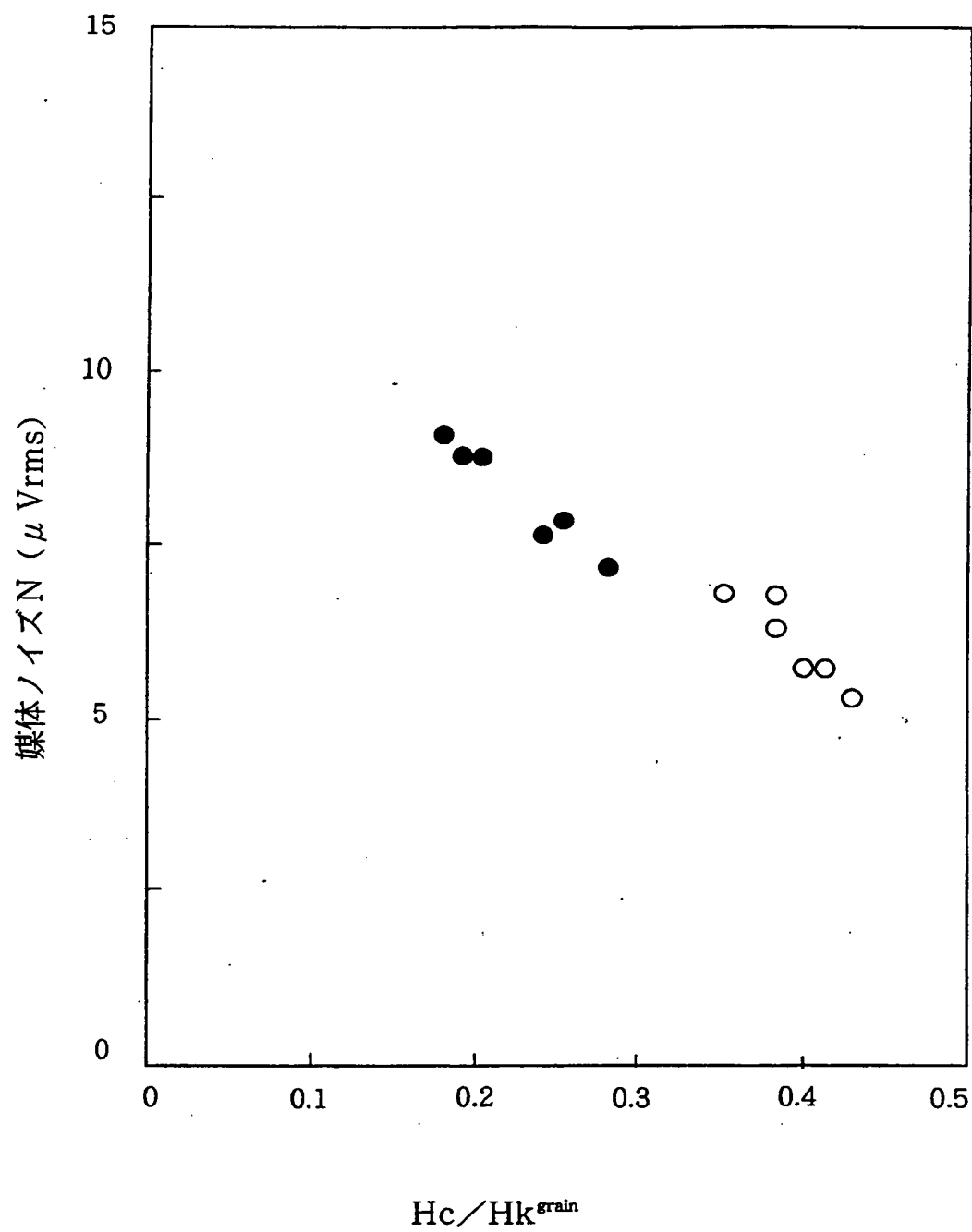
9/23

F i g . 9



10/23

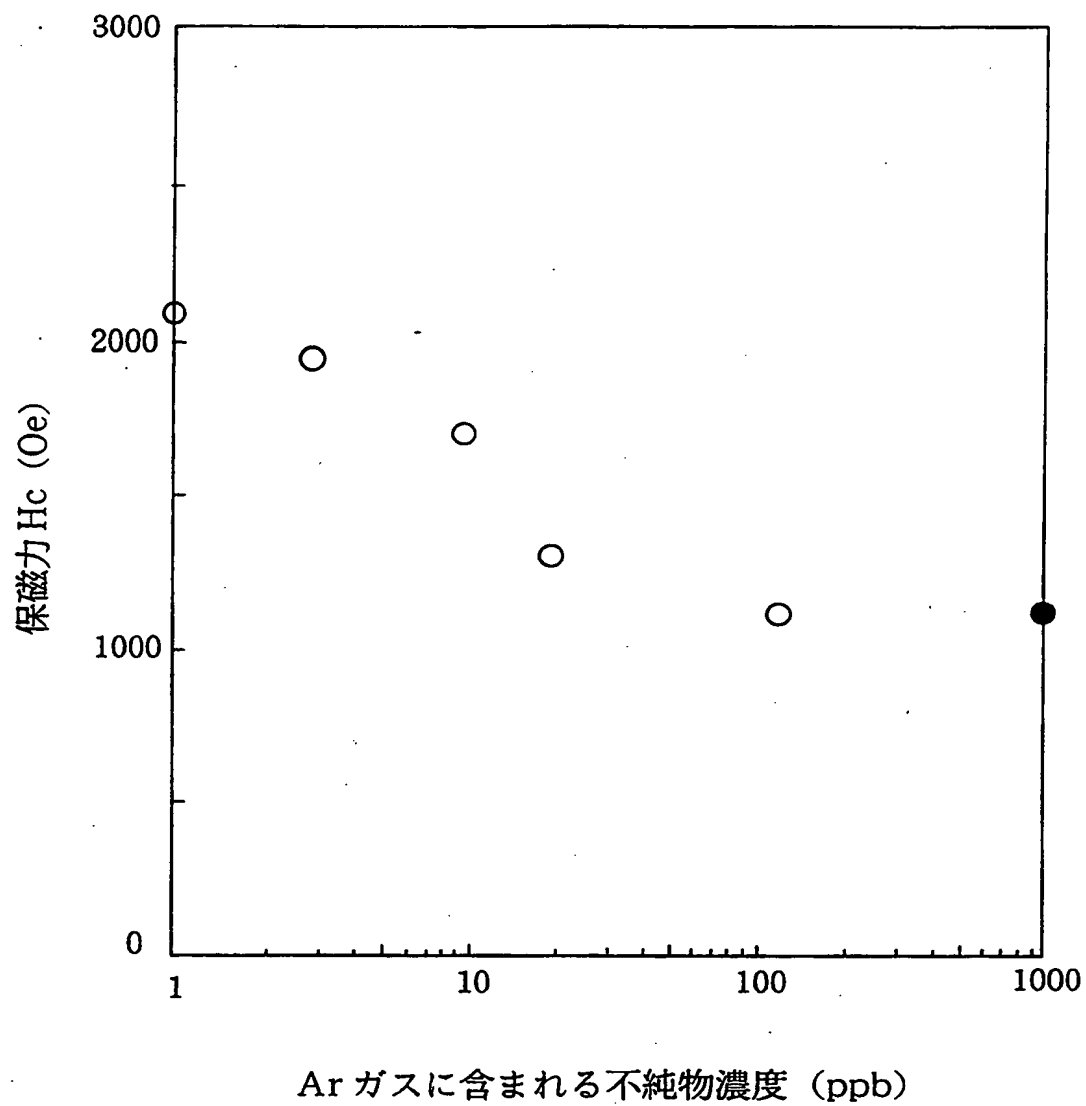
Fig. 10





11/23

F i g. 1 1



12/23

F i g . 1 2

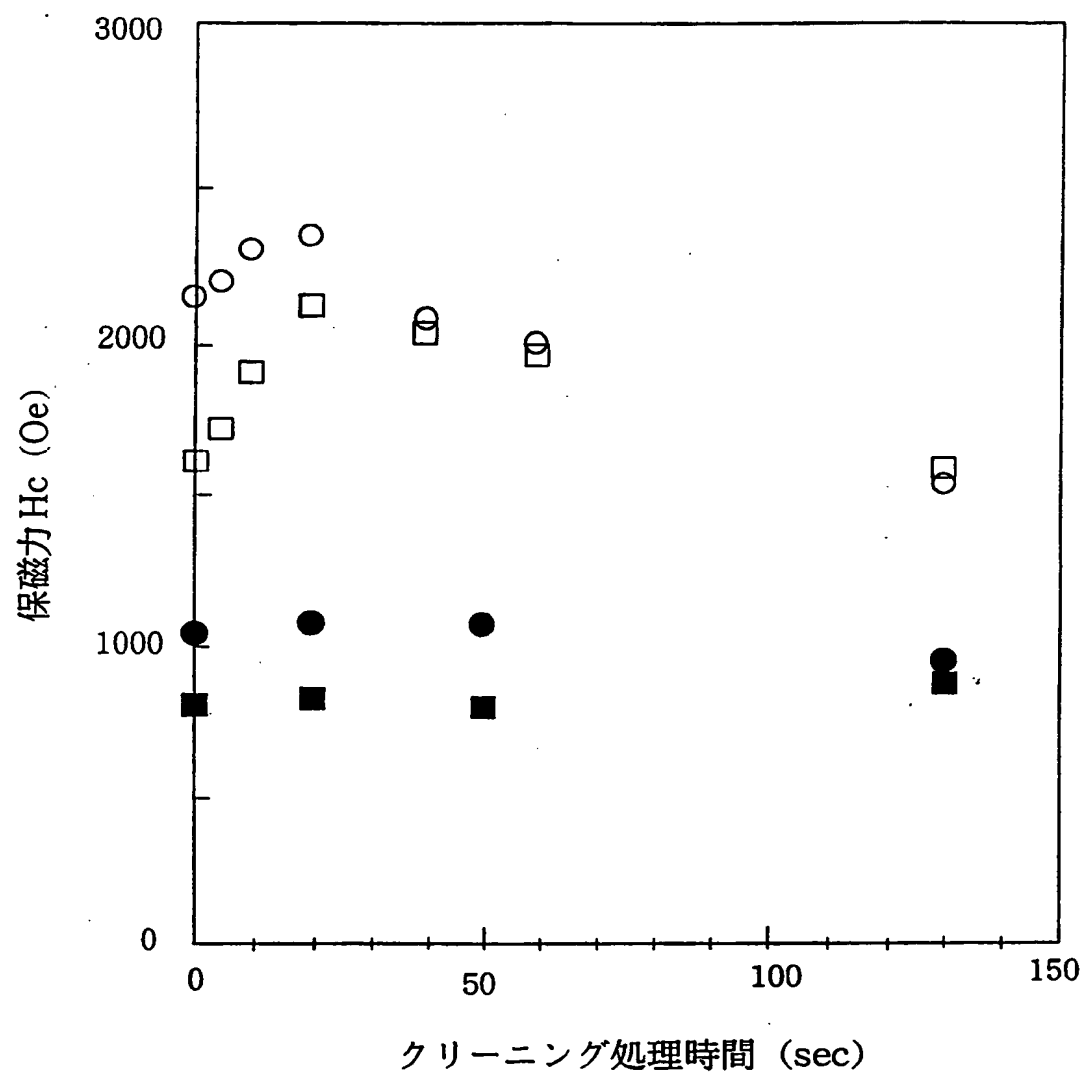
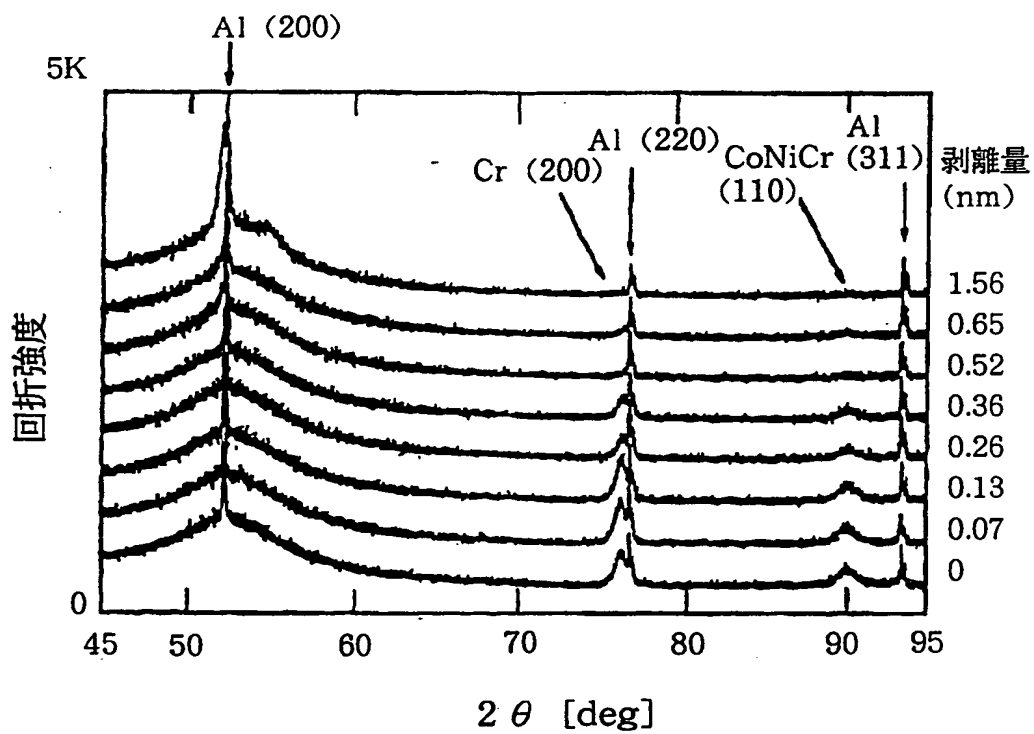


Fig. 13



F i g. 1 4

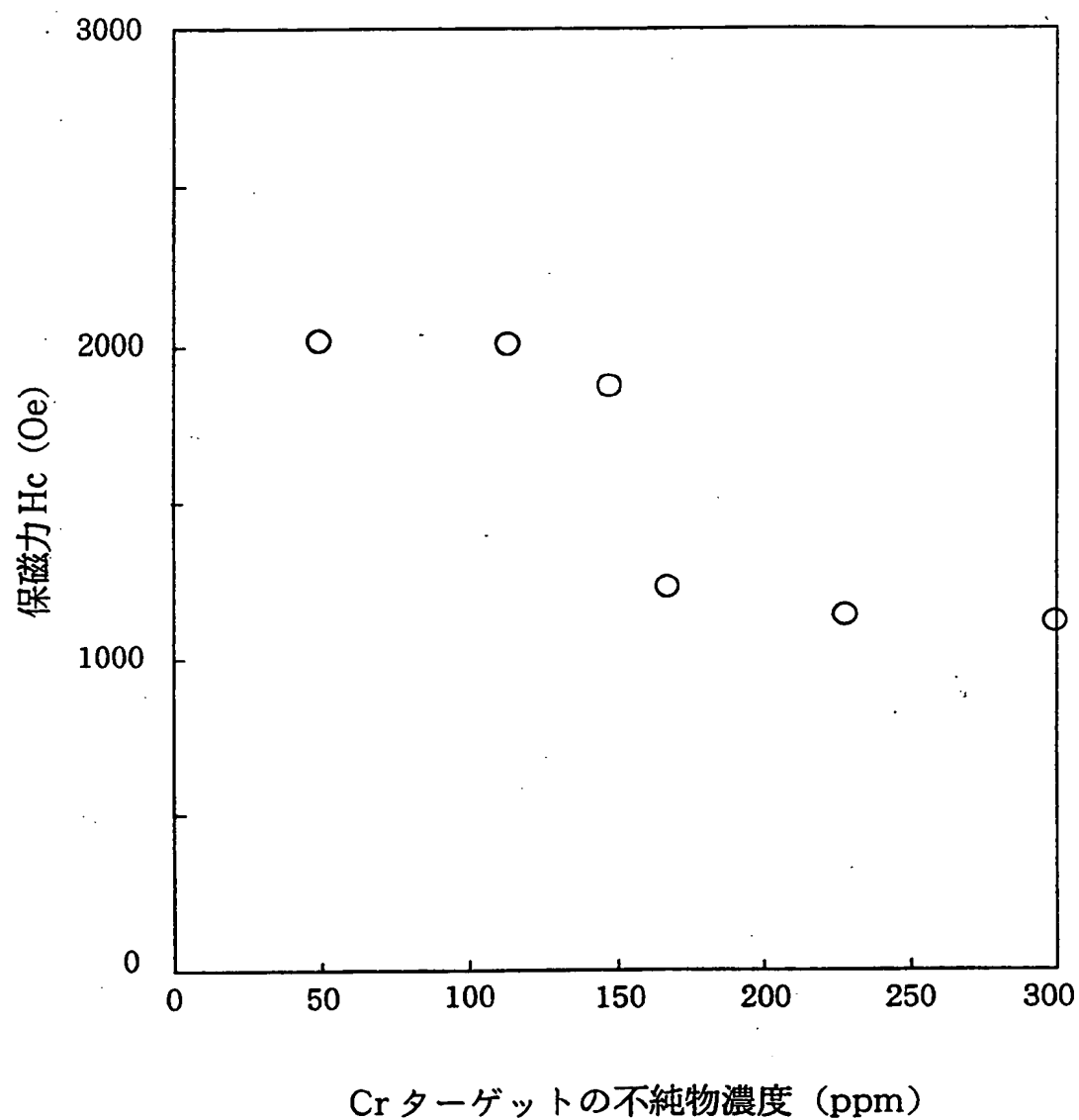


Fig. 15

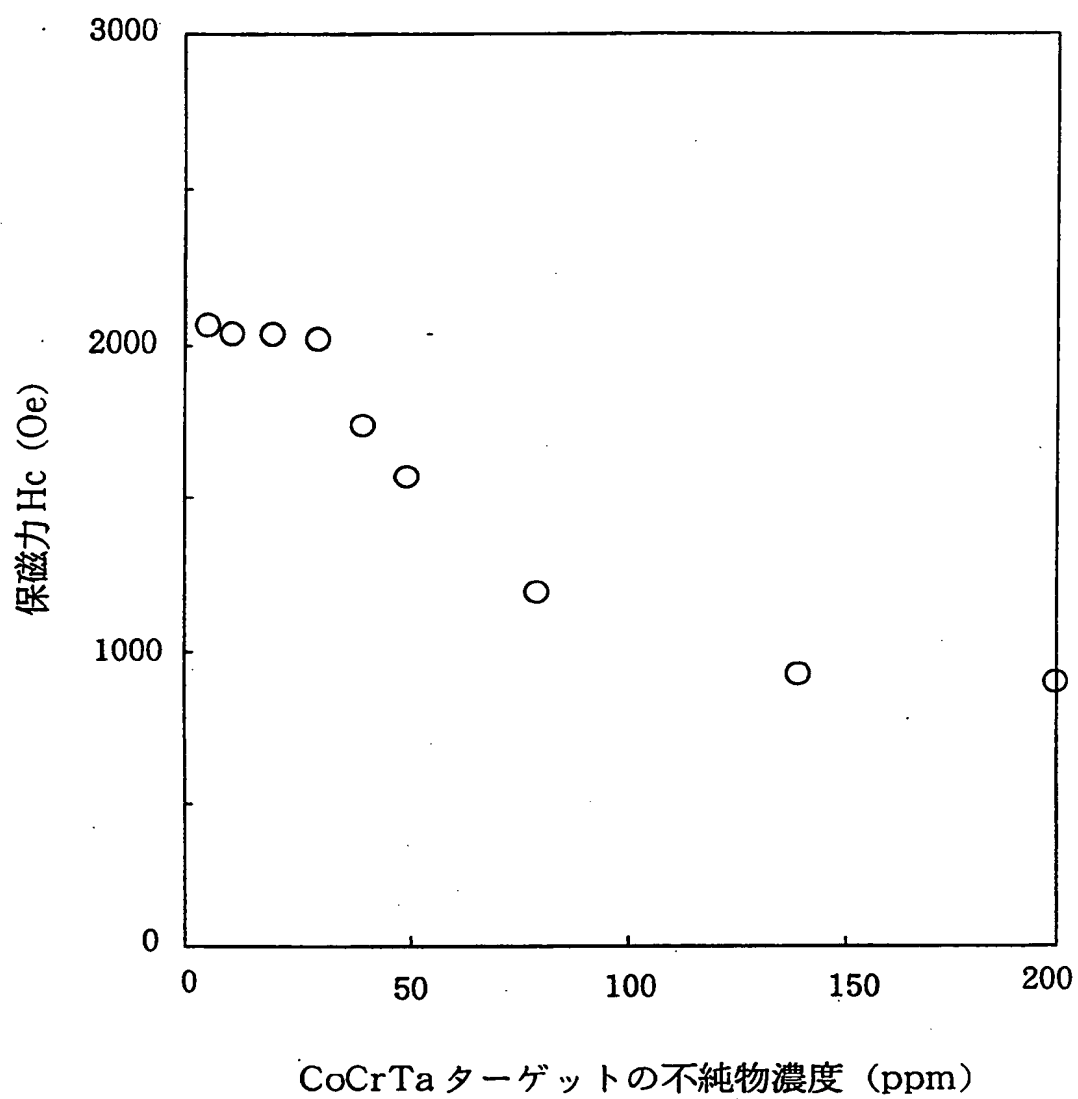
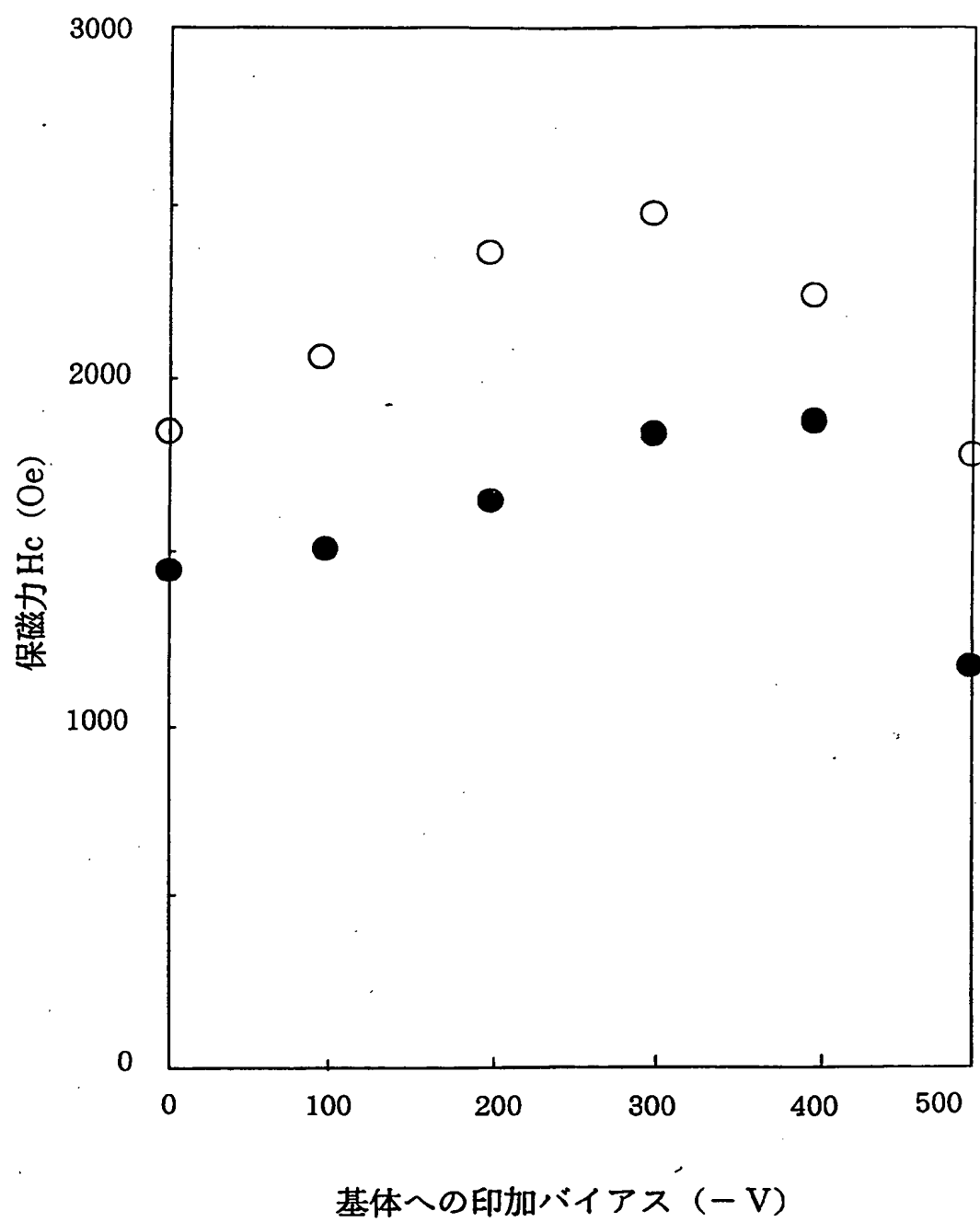
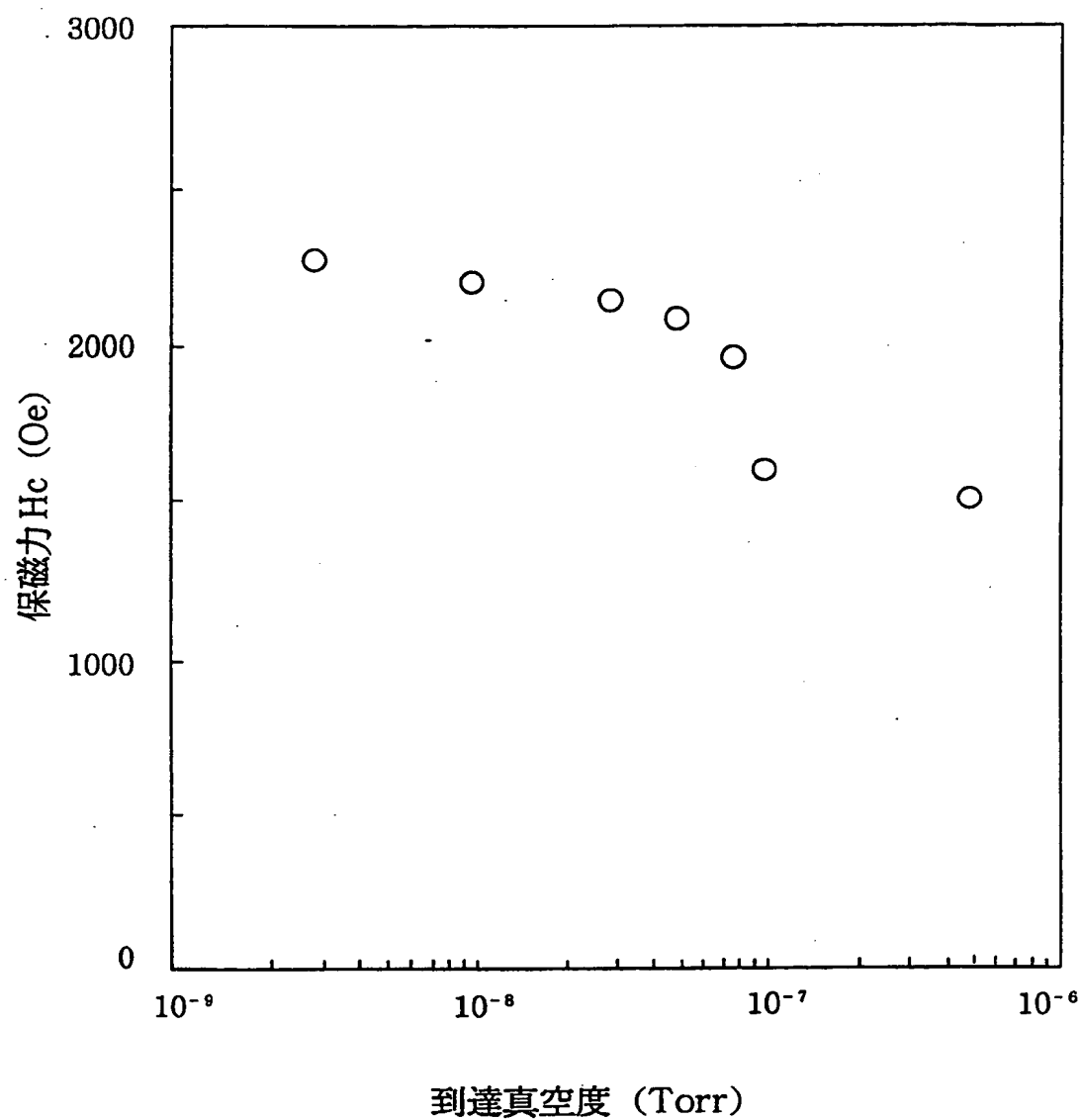


Fig. 16

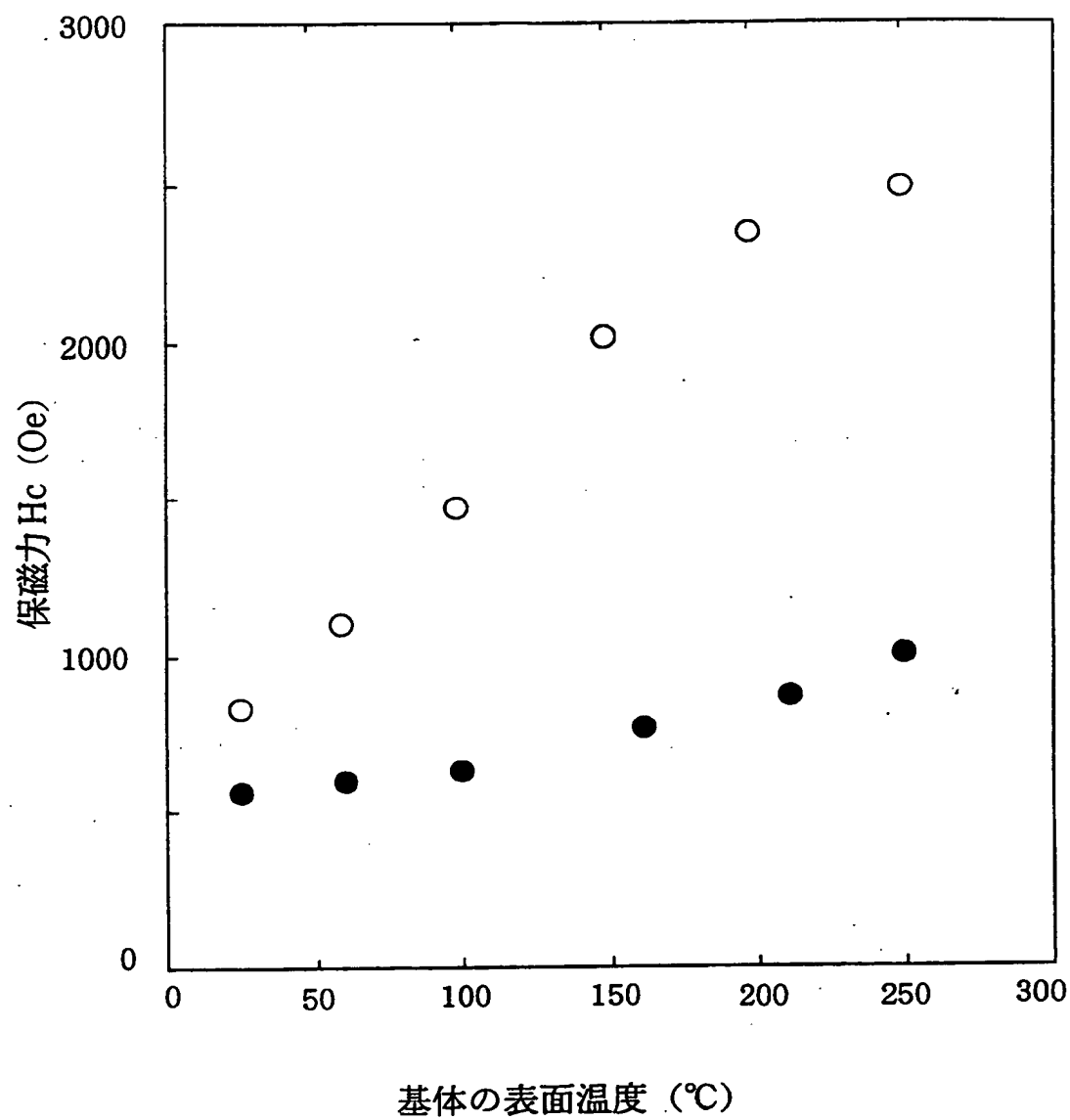


17/23

F i g . 1 7



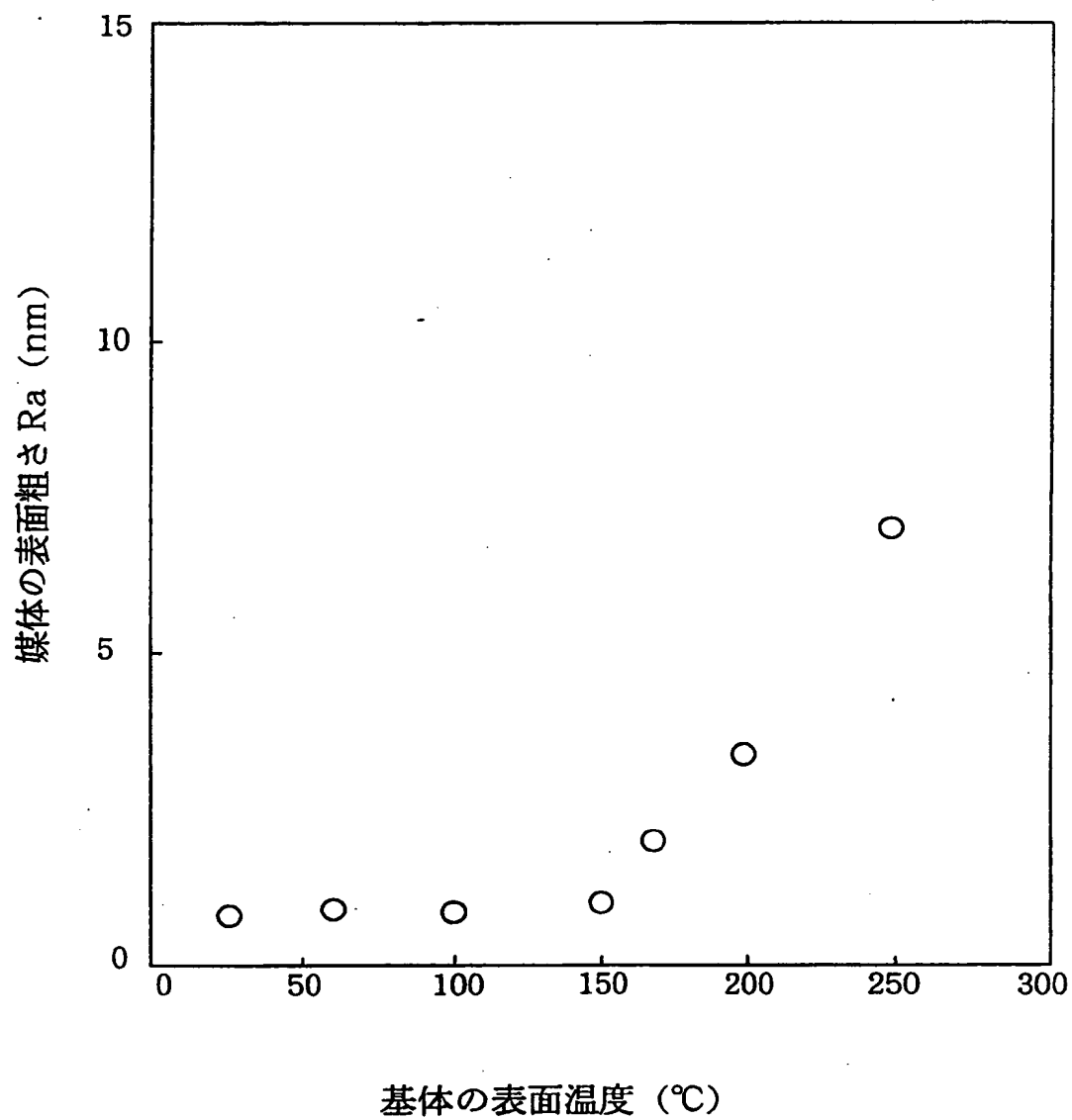
F i g. 1 8



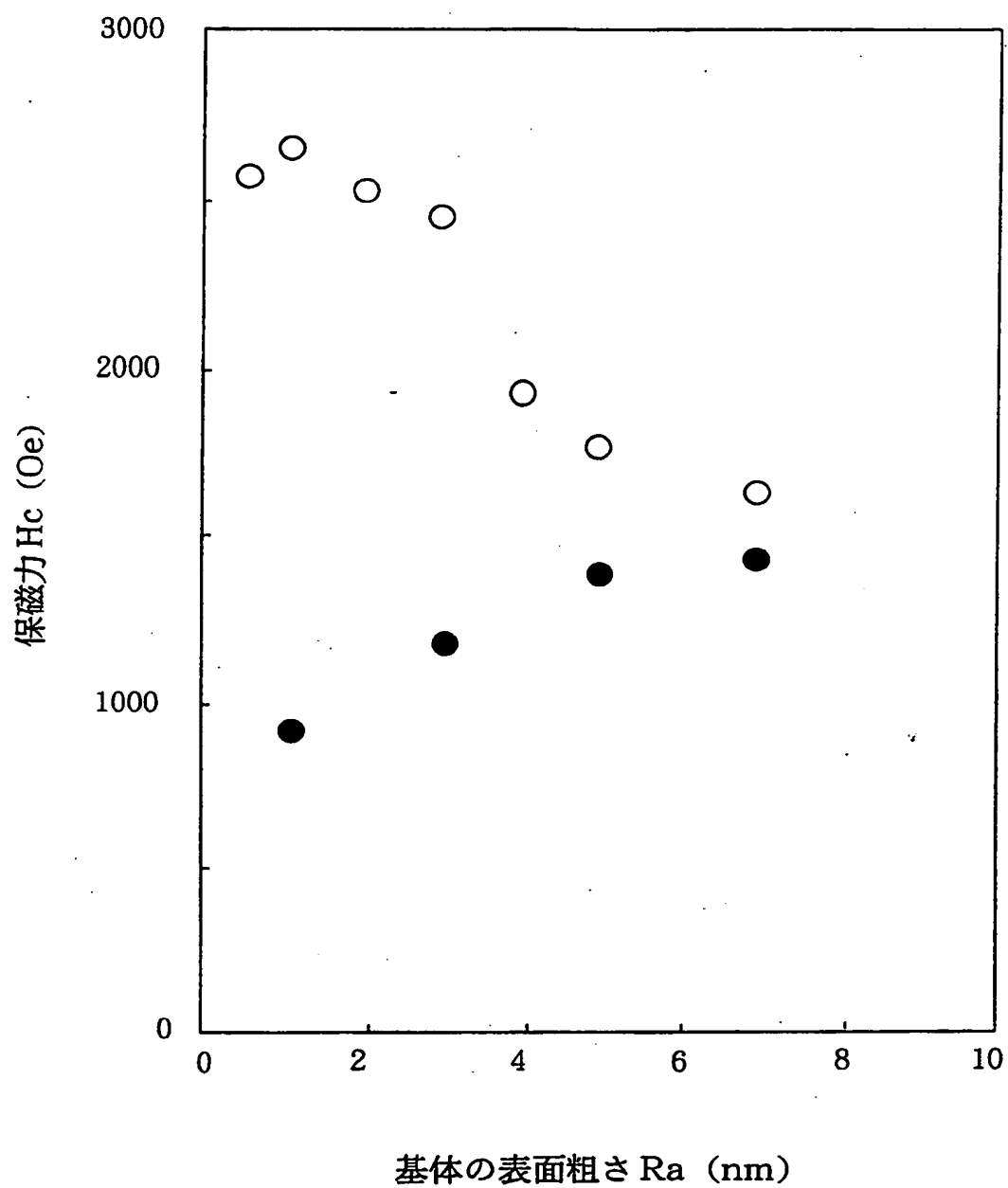


19/23

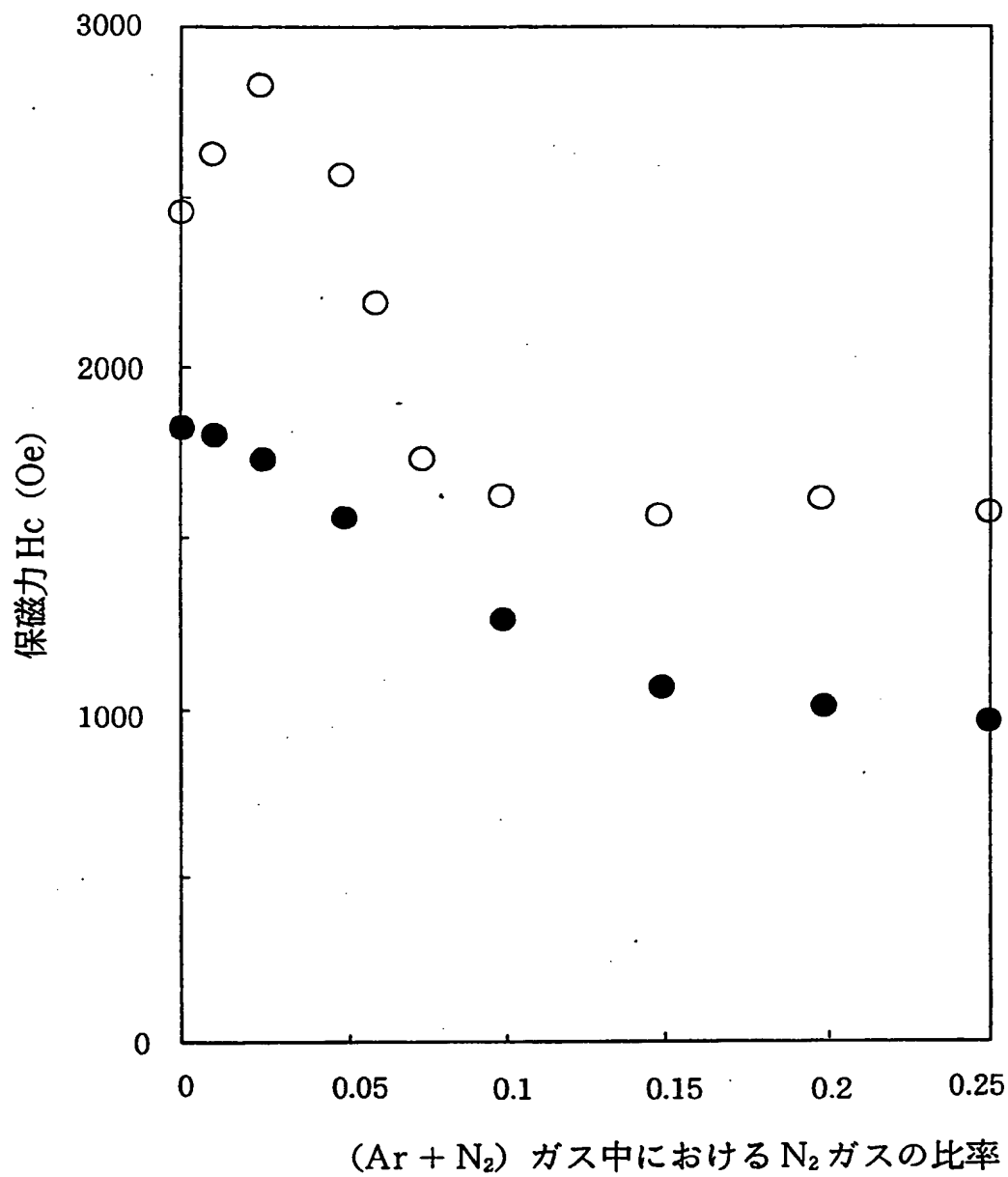
Fig. 19



F i g . 2 0

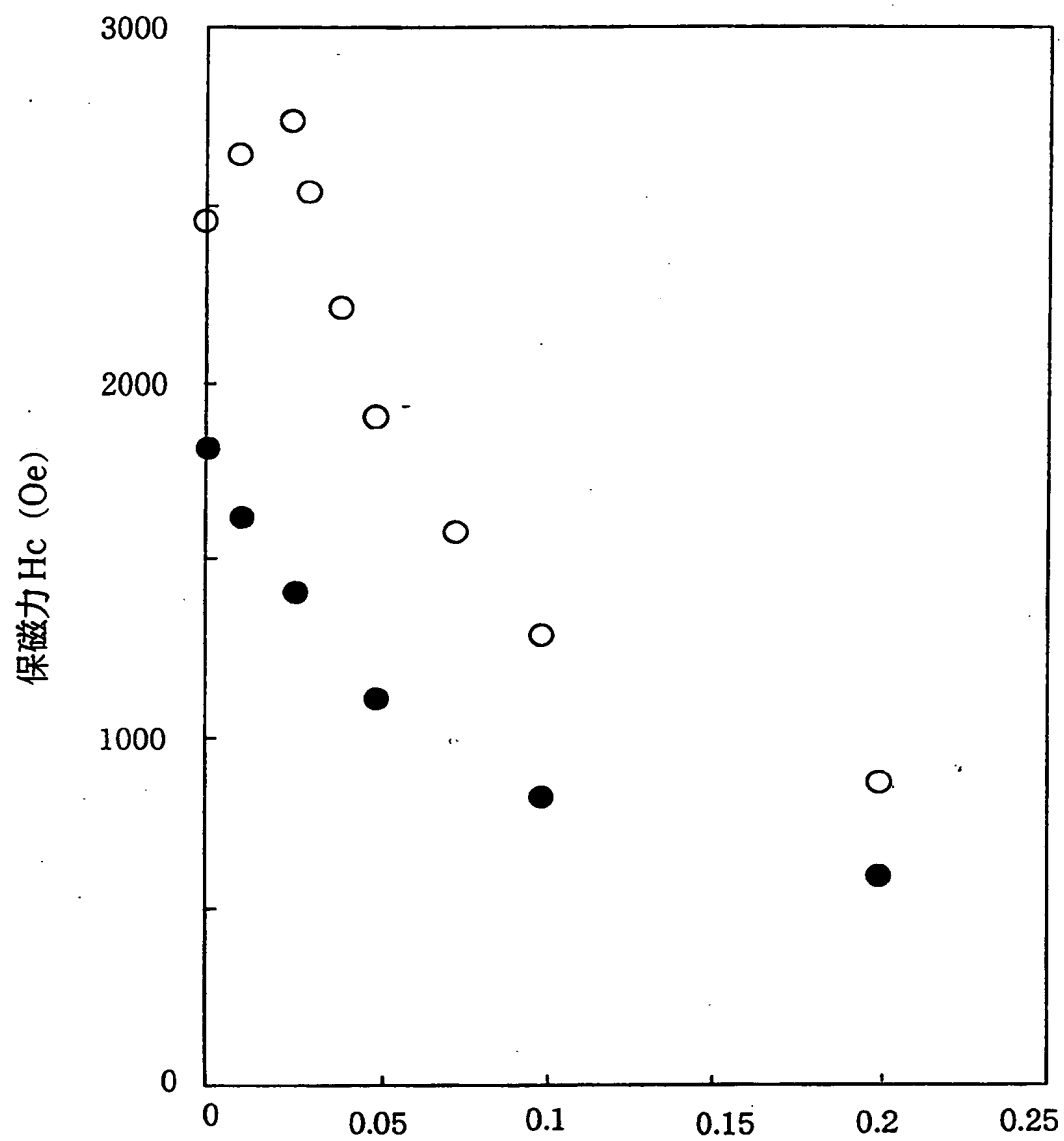


F i g . 2 1



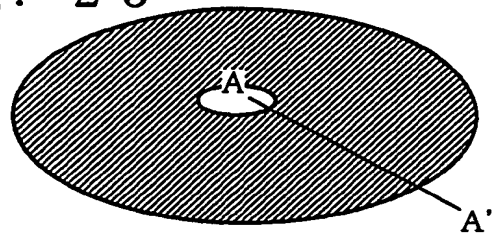
22/23

F i g . 2 2

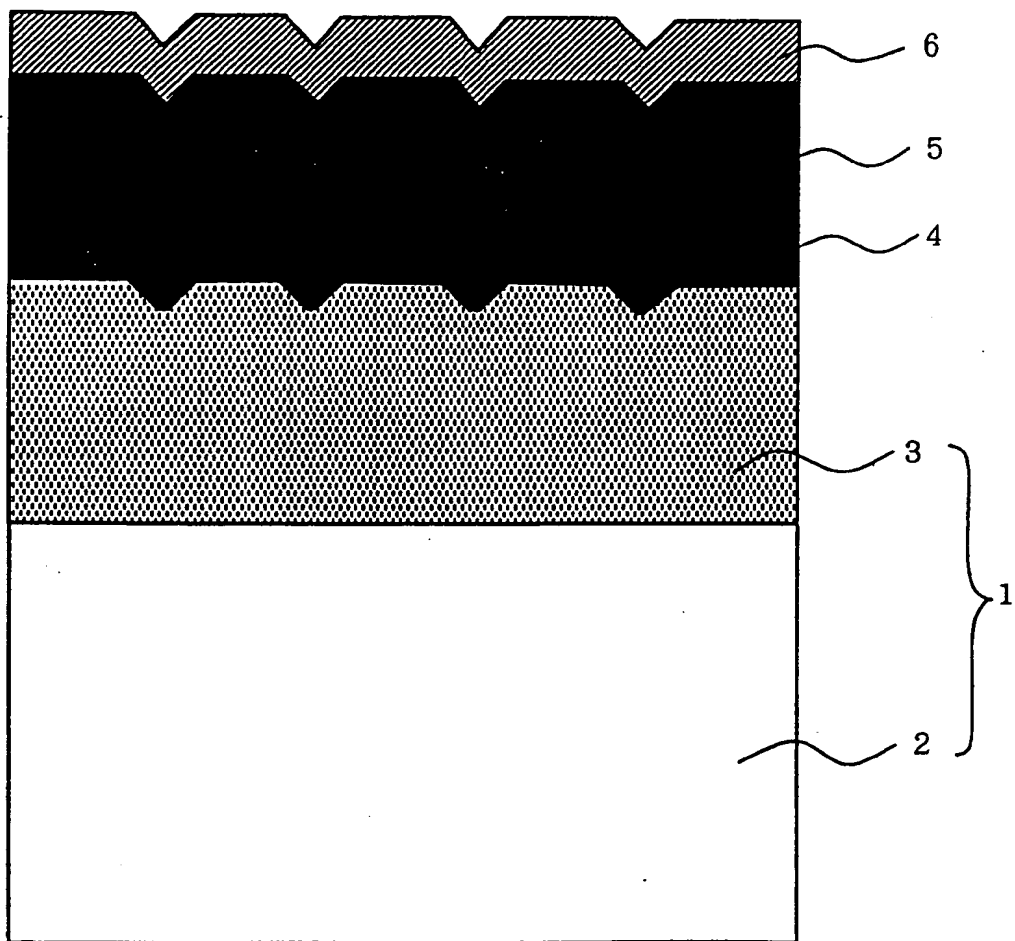
(Ar + H<sub>2</sub>) ガス中における H<sub>2</sub> ガスの比率

23/23

Fig. 23



(a)



(b)

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP94/01184

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int. C1<sup>5</sup> G11B5/66, 5/84, 5/85

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int. C1<sup>5</sup> G11B5/66, 5/84, 5/85

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho 1926 - 1993

Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971 - 1993

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP, A, 2-244421 (Hitachi, Ltd.), September 28, 1990 (28. 09. 90), (Family: none)	1-6, 11-14, 19, 20, 22-24, 31, 34
A	JP, A, 62-234237 (Seiko Epson Corp.), October 14, 1987 (14. 10. 87), (Family: none)	21
A	JP, A, 3-54723 (Mitsubishi Kasei Corp.), March 8, 1991 (08. 03. 91), (Family: none)	27, 28
A	JP, A, 4-109430 (Showa Aluminum Co., Ltd.), April 10, 1992 (10. 04. 92), (Family: none)	32, 33
Y	JP, A, 62-114124 (Sony Corp.), May 25, 1987 (25. 05. 87), (Family: none)	34

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.☐ See patent family annex.

\* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier document but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&amp;" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

October 5, 1994 (05. 10. 94)

Date of mailing of the international search report

October 25, 1994 (25. 10. 94)

Name and mailing address of the ISA/

Japanese Patent Office

Facsimile No.

Authorized officer

Telephone No.

## A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl.<sup>8</sup> G11B5/66, 5/84, 5/85

## B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl.<sup>8</sup> G11B5/66, 5/84, 5/85

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1926-1993年

日本国公開実用新案公報 1971-1993年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

## C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
Y	JP, A, 2-244421 (株式会社 日立製作所), 28. 9月. 1990 (28. 09. 90) (ファミリーなし)	1-6, 11-14, 19, 20, 22-24, 31, 34
A	JP, A, 62-234237 (セイコーエプソン株式会社), 14. 10月. 1987 (14. 10. 87) (ファミリーなし)	21
A	JP, A, 3-54723 (三菱化成株式会社), 8. 3月. 1991 (08. 03. 91) (ファミリーなし)	27, 28

☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

## \* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの

「E」先行文献ではあるが、国際出願日以後に公表されたもの

「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)

「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献

「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&amp;」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

05. 10. 94

国際調査報告の発送日

25. 10. 94

名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)

郵便番号100

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

岡 本 利 郎

5 D

9 1 9 6

電話番号 03-3581-1101 内線

3 5 5 1

C (続き). 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	JP, A, 4-109430 (昭和アルミニウム株式会社), 10. 4月. 1992 (10. 04. 92) (ファミリーなし)	32, 33
Y	JP, A, 62-114124 (ソニー株式会社), 25. 5月. 1987 (25. 05. 87) (ファミリーなし)	34